



Escola Politècnica Superior
d'Edificació de Barcelona

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

ARQUITECTURA TÉCNICA

PROYECTO FINAL DE CARRERA

EVALUACIÓN DE LA REACCIÓN DE CARBONATACIÓN EN LOS ESTUDIOS DE LAS FASES DE CONGLOMERADOS CON CEMENTO PORTLAND

Proyectista: Néstor Meneses Martínez

Directores: Laia Haurie Ibarra, Francisco Ruíz Mérida

Convocatoria: Marzo 2012

RESUMEN

El presente proyecto analiza la formación de portlandita y carbonatos de calcio en pastas y morteros de cemento portland en función del ambiente y el tiempo de exposición.

Para ello, se han elaborado muestras de ambos materiales para su exposición en cuatro ambientes diferentes y durante períodos de entre 4 y 90 días. Sobre estas muestras se han realizado ensayos de resistencia, de termogravimetría y de difracción de rayos X.

Se han realizado 8 ensayos de difracción de rayos X que han constatado la existencia de portlandita y calcita en las muestras.

También se han realizado ensayos de compresión y flexión para evaluar de forma preliminar la influencia de la edad y el ambiente de exposición sobre las propiedades mecánicas.

Finalmente, la base del estudio son los resultados de 46 ensayos de termogravimetría, sobre los que se han realizado cálculos para cuantificar el porcentaje tanto de portlandita como de carbonato de calcio en las muestras.

Sobre los cálculos anteriores se han realizado diversos análisis comparativos con el fin de hallar cómo influye el tipo de material, el ambiente y el tiempo de exposición en el proceso de carbonatación. Estas reacciones se producen tanto entre componentes del cemento como entre éstos y el agua y dióxido de carbono ambientales.

Se ha podido concluir que el proceso de carbonatación de conglomerados con cemento portland está directamente relacionado con la humedad ambiental y la porosidad de los materiales, y que la formación de portlandita es muy rápida durante las primeras horas o días del endurecimiento del cemento.

Se ha establecido un método de trabajo riguroso, pero algunos resultados no han permitido extraer todas las conclusiones deseadas, por lo que se recomienda mejorar ciertos aspectos como el establecimiento de un calendario que permita que las muestras a comparar procedan de la misma amasada; que se analice más de una muestra para cada combinación material-ambiente-edad, y que se alargue el período de estudio a muestras expuestas durante más de 90 días.

ÍNDICE

1	INTRODUCCIÓN	5
2	ANTECEDENTES	7
3	EXPERIMENTAL	11
3.1	MATERIALES	11
3.1.1	DATOS TÉCNICOS	11
3.1.2	ELABORACIÓN DE PROBETAS DE PASTA DE CEMENTO PORTLAND	12
3.1.3	ELABORACIÓN DE PROBETAS DE MORTERO	13
3.2	AMBIENTE, FORMATO Y TIEMPO DE EXPOSICIÓN	14
3.3	ENSAYOS	14
3.3.1	DIFRACCIÓN DE RAYOS X	15
3.3.2	TERMOGRAVIMETRÍA	16
3.3.3	RESISTENCIA A FLEXIÓN	17
3.3.4	RESISTENCIA A COMPRESIÓN	18
3.4	MUESTRAS	19
4	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	21
4.1	DIFRACCIÓN DE RAYOS X	21
4.2	ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO	25
4.2.1	METODOLOGÍA Y FORMULACIÓN	25
4.2.2	RESULTADOS	28
4.3	ENSAYOS MECÁNICOS	37
	CONCLUSIONES	42
	BIBLIOGRAFÍA	44
	AGRADECIMIENTOS	45

1. INTRODUCCIÓN

El objeto del presente proyecto es el estudio de la hidratación y carbonatación en conglomerados de cemento portland en función de dos parámetros: el ambiente y el tiempo de exposición.

Durante más de cuatro meses se han elaborado y expuesto en cada uno de los ambientes escogidos muestras de pasta de cemento portland en bloque y polvo y de mortero de cemento portland en bloque.

Los tiempos de exposición se han fijado en 4, 7, 28, 56 y 90 días. Se han realizado ensayos de termogravimetría para cada una de las edades, ya que esta técnica ha constituido la base del estudio. En el caso de las muestras en polvo, se han realizado termogravimetrías a 7 días y difracción de rayos X a 7 y 28 días. Como dato obligado en un estudio basado en el cemento portland, se han ensayado probetas a 7 y 28 días para la determinación de las resistencias mecánicas a flexión y compresión y la posible interrelación con el resto de parámetros analizados.

Fijar los tiempos y ambientes de exposición y el formato de las muestras, así como los ensayos a realizar en cada caso, constituyen el punto de partida del estudio y obligan al establecimiento de un calendario de elaboración de probetas y ensayos necesario para evitar solapes y desviaciones en los tiempos de exposición, condicionado también por la disponibilidad de los equipos.

Para el análisis de los resultados de los ensayos de termogravimetría se ha establecido un método de cálculo y cuantificación de las fases del cemento basado en la pérdida de masa asociada a la descomposición de la portlandita y el carbonato cálcico y las reacciones químicas durante el endurecimiento del cemento.

Las cantidades de las fases portlandita y carbonato de calcio se han intentado relacionar con el grado de hidratación y carbonatación de las muestras de cemento y mortero en cada edad y ambiente.

Finalmente, cabe advertir que el proceso de elaboración de las muestras utilizadas en el estudio, a pesar de seguir detalladamente los pasos descritos en el capítulo 3 de este documento, es susceptible de presentar variaciones en la composición de las probetas, en las condiciones ambientales o el estado de los componentes. En este sentido, el análisis de los resultados asume las posibles discrepancias existentes con otros estudios y se refiere únicamente a los datos obtenidos en los ensayos realizados para este proyecto.

2. ANTECEDENTES

Hace más de 7500 años, se construían viviendas con un material obtenido mezclando tierra caliza, arena, grava y agua. Este material se puede considerar como un hormigón rudimentario. En excavaciones realizadas en Egipto, se han encontrado conglomerantes a base de yeso cocido datados en unos 3000 años. En Grecia, hace más de 2000 años, se usaban mezclas de tierra volcánica, caliza calcinada, arcilla cocida y agua.

Sobre el año 200 a.C., se produjo un significativo avance en la optimización de los conglomerantes para la construcción: el cemento romano. En un lugar cercano al Vesubio se obtuvo una ceniza volcánica, la Puzolana, constituida básicamente por sílice. Este material, mezclado con cal viva calcinada y agua, permitió conformar un conglomerante hidráulico. Las obras de mampostería que lo usaban se denominaban *opus caementum*, de donde deriva la palabra cemento.

Estos materiales han sido la base para la construcción hasta mediados del siglo XVIII, cuando el gobierno inglés encargó la elección de los mejores conglomerantes disponibles para llevar a cabo la reconstrucción del faro de Eddystone, al suroeste de Inglaterra.

John Smeaton llevó a cabo la selección de los materiales, entre los cuales figuraban cales procedentes de Alberthaw y de la localidad de Portland. Determinó que las calizas más impuras (con mayor contenido de arcillas) eran más resistentes, mientras que las de mayor pureza resistían menos la acción del agua. Smeaton atribuyó la capacidad hidráulica a la reacción de la arcilla con la cal hidráulica obtenida por calcinación.

En 1812, Louis-Joseph Vicat comenzó unas investigaciones sobre las condiciones que daban origen a la hidraulicidad. El sistema de fabricación por “vía húmeda” empleado por Vicat marca el inicio del actual proceso de fabricación del cemento.

En 1824, Joseph Aspdin, un constructor de Leeds en Inglaterra, daba el nombre de cemento portland y patentaba un material pulverulento que amasado con agua y con arena se endurecía formando un conglomerado de aspecto parecido a las calizas de la isla de Portland. Probablemente, el material patentado por Aspdin era una caliza hidráulica debido, entre otras cosas, a las bajas temperaturas empleadas en la cocción.

Sin embargo, la producción de cemento a escala industrial con una base más científica fue establecida en 1844 por Isaac Charles Johnson al emplear temperaturas suficientemente altas para clinkerizar la mezcla empleada como materia prima. La arcilla y caliza calcinadas junto con un óptimo ajuste en la dosificación dio lugar a un producto escorificado de endurecimiento más lento, mayor capacidad hidráulica y que alcanzaba resistencias mucho mayores que sus predecesores.

Actualmente, el cemento portland ha llegado a una gran perfección y es el material industrializado de construcción de mayor consumo.

El cemento es un conglomerante hidráulico, es decir, un material inorgánico finamente molido que amasado con agua, forma una pasta que fragua y endurece por medio de reacciones y procesos de hidratación y que una vez endurecido conserva su resistencia y estabilidad incluso bajo el agua.

Según Giraldo, M.A. y Tobón, J.I., la hidratación del cemento es función de las reacciones entre los minerales del cemento (C3S, C2S, C3A, y C4AF) y el agua, además, de la presencia de yeso y otros aditivos. Los productos de las reacciones son principalmente silicatos de calcio hidratados, hidróxido de calcio y sulfoaluminatos de calcio hidratados, así:

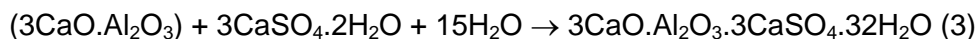
El C3S (alita) es el silicato cálcico más inestable de los presentes en el cemento, al reaccionar con el agua se convierte en silicato de calcio hidratado, conocido como tobermorita gel, y en hidróxido de calcio, según:



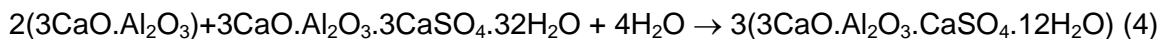
El silicato dicálcico (C2S - belita) al hidratarse también se convierte en tobermorita gel, y en hidróxido de calcio, pero a diferencia de (1) se produce menos hidróxido de calcio:



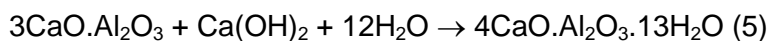
El aluminato de calcio (C3A - celita) al combinarse con yeso y agua produce la etringita:



El aluminato de calcio con la etringita y con agua se convierte en monosulfato:



El aluminato de calcio (C3A) con el hidróxido de calcio y con agua se convierte en aluminato de calcio hidratado:



Caracterizar las partículas del cemento es complicado debido a su diminuto tamaño, formas complejas y la presencia de multifases naturales. Por lo cual, para caracterizarlo al igual que a la pasta e identificar sus componentes mineralógicos se usan técnicas como: microscopía electrónica, difracción de rayos X y análisis térmico, entre otras. Las características de los minerales principales del cemento son:

Tobermorita gel (CSH): Es el responsable de la armazón interna de la pasta de cemento, de la adherencia de ésta con los áridos en los morteros y hormigones y, en definitiva, de la resistencia mecánica de estos conglomerados, por lo que resulta un constituyente de la pasta indispensable y siempre positivo.

Portlandita (hidróxido de calcio). Tiene efectos positivos en tanto que es el encargado de mantener el pH de la pasta en valores altos (12-13) pues actúa como una “reserva alcalina”. También tiene efectos negativos tales como: solubilidad en agua; puede reaccionar con

sulfatos y cristalizar en forma de dihidrato dando lugar a procesos de expansión y ruptura y posteriormente a la formación de etringita; es el primer material en descomponerse a altas temperaturas (600°C).

Etringita (trisulfoaluminato de calcio): Los cristales de etringita son de formas alargadas, generalmente en hábitos fibrosos o en forma de varillas alargadas que se encuentran formando estructuras que asemejan un enrejillado que le da al cemento mayor cohesión.

La alta alcalinidad del cemento es debida principalmente al hidróxido cálcico, portlandita, que se forma durante la hidratación de sus compuestos anhidros del cemento, y a los hidróxidos de sodio y potasio presentes. Estas sustancias sitúan el pH de la fase acuosa contenida en los poros en valores entre 12,6 y 14, en el extremo más alcalino de la escala de pH.

El descenso de la alcalinidad se produce principalmente por reacción de los compuestos de carácter básico, hidróxidos de sodio, potasio y calcio, de la fase acuosa del cemento, con los componentes ácidos de la atmósfera, el dióxido de carbono y azufre, para formar carbonatos, sulfatos y agua. El componente ácido más abundante es el CO₂, por lo que a este proceso de descenso de la alcalinidad se le llama genéricamente 'carbonatación'.

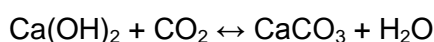
Los principales factores que afectan a la carbonatación son la porosidad, el tipo y la cantidad de cemento, el nivel de compactación, el tipo y el tiempo de curado, la relación agua/cemento, y las condiciones ambientales.

De acuerdo con Davis, H. y Rothwell, G.W., el mecanismo de reacción de la carbonatación es más rápido cuando la humedad relativa (HR) está entre el 50% y 75%. Cuando la HR es menor, no hay suficiente agua en los poros de la pasta para que se disuelvan cantidades importantes de hidróxido de calcio. Cuando es superior al 75%, la situación es inversa y los poros pueden saturarse de agua; en este caso, aunque se permite que el hidróxido de calcio se disuelva libremente, la penetración de dióxido de carbono a través de los poros es restringido en gran medida.

La penetración del CO₂ se realiza a través de los poros capilares que no se encuentran totalmente saturados de agua. Éstos, en situaciones normales, contienen:

- Agua (H₂O)
- Hidróxido de calcio [Ca(OH)₂]

El CO₂ del aire se disuelve en la fase acuosa contenida en los poros de la pasta de cemento, produciéndose iones CO₃²⁻, que reaccionan con los iones Ca²⁺, para producir CaCO₃, según la siguiente reacción simplificada:



Además de la portlandita, el gel C-S-H (silicato cálcico hidratado) también puede aportar iones Ca²⁺ para la carbonatación, disminuyendo así su relación Calcio/Silicio.

Las profundidades de carbonatación consideradas a lo largo de la vida útil de las estructuras no comprometen su durabilidad mientras no alcance la armadura, lo cual se garantiza siempre y cuando se cumplan los requisitos mínimos establecidos por la EHE. De hecho la carbonatación puede incluso resultar beneficiosa desde el punto de vista de la resistencia a tracción y a compresión del hormigón.

3 EXPERIMENTAL

Los materiales y equipos utilizados para la confección de las muestras han sido proporcionados por el Laboratorio de Materiales de la Escuela Politécnica Superior de Edificación de Barcelona (EPSEB).

3.1 MATERIALES

3.1.1 DATOS TÉCNICOS

Para la realización del proyecto se han estudiado dos materiales: la pasta de cemento portland y el mortero de cemento portland.

Los materiales utilizados se han escogido acorde a normas UNE relativas a métodos de ensayo de cementos y morteros.

El cemento utilizado ha sido un CEM I 52,5, proporcionado por Ciments Molins y almacenado en recipiente hermético durante la duración del proyecto.

La arena utilizada en la confección de las probetas de mortero es de tipo fino y proporcionada por Àrids Catalunya. Como análisis previo, se realizó la granulometría de 3 muestras de arena, de acuerdo con la norma UNE-EN-1015-1, relativa a la determinación de la distribución granulométrica (por tamizado). El resultado obtenido en la granulometría es el que consta en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1: Granulometría de la arena

Tamiz (mm)	Peso neto			Granulometría			Media
	SF1 neto	SF2 neto	SF3 neto	SF1 %	SF2 %	SF3 %	
0,063	5,18	5,03	5,98	2,8%	2,7%	3,2%	2,9%
0,125	15,29	15,44	16,23	8,2%	8,2%	8,7%	8,4%
0,250	30,22	30,01	31,56	16,1%	16,0%	16,8%	16,3%
0,500	49,74	50,30	49,67	26,6%	26,9%	26,5%	26,6%
1,000	57,07	56,47	57,19	30,5%	30,2%	30,5%	30,4%
2,000	27,64	26,42	24,68	14,8%	14,1%	13,2%	14,0%
4,000	0,80	1,98	0,16	0,4%	1,1%	0,1%	0,5%
8,000	0,00	0,00	0,00	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
Finos	1,35	1,61	1,87	0,7%	0,9%	1,0%	0,9%
	187,30	187,26	187,33	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%

SFi se corresponde con cada una de las muestras analizadas. Los pesos se expresan en gramos.

Se han confeccionado probetas de 4x4x16 cm y se han mantenido durante 24 horas en cámara húmeda antes de ser expuestas a cada uno de los ambientes determinados en el proyecto.

Se ha utilizado una dosificación agua/cemento de 0,46 de acuerdo con otros estudios sobre carbonatación de cementos con el fin de obtener resultados comparativos. Si bien la norma UNE EN 196-1 fija una relación de 0,5, la dosificación fijada para el proyecto es suficiente para la hidratación del cemento.

3.1.2 ELABORACIÓN DE PROBETAS DE PASTA DE CEMENTO PORTLAND

Dosificación en masa:

Cemento: 1

Agua: 0,46

Para la realización de 3 probetas se utilizan 1350g de cemento y 621g de agua en cada amasada.

Se vierten el cemento y el agua en la cubeta de la amasadora y se pone en funcionamiento durante 4 minutos sin pausas a razón de 1 minuto lento, 1 rápido, 1 lento y 1 rápido.

Se extrae la cubeta y se rellenan los 3 moldes hasta la mitad y se realizan 60 golpes en la mesa de compactación. A continuación se acaban de rellenar los moldes y se realizan 60 golpes más.

Imagen 3.2: Amasadora utilizada en la elaboración de probetas



Imagen 3.3: Mesa de compactación utilizada en la elaboración de probetas

3.1.3 ELABORACIÓN DE PROBETAS DE MORTERO

Dosificación en masa

Cemento: 1

Agua: 0,46

Arena: 3

Para la realización de 3 probetas se utilizan 1350g de arena, 450g de cemento y 207g de agua en cada amasada.

Se vierten cemento y agua en la cubeta de la amasadora y se pone en funcionamiento a velocidad lenta durante 1 minuto, en la segunda mitad del cual se vierte la arena. Pasado el minuto, se amasa a velocidad rápida durante 30 segundos y se para la máquina durante un minuto y medio. Durante los primeros 30 segundos de esta pausa, se desprenden las partes que hayan podido quedar adheridas a las paredes de la cubeta. Después de la pausa, se pone en marcha la amasadora durante 1 minuto a velocidad rápida.

Se extrae la cubeta y se rellenan los 3 moldes hasta la mitad y se realizan 60 golpes en la mesa de compactación. A continuación se acaban de rellenar los moldes y se realizan 60 golpes más.

3.2 AMBIENTE, FORMATO Y TIEMPO DE EXPOSICIÓN

Una vez confeccionadas, las muestras se han mantenido en cámara húmeda durante 24 horas antes de su exposición a los ambientes.

Para la exposición de las muestras se han determinado cuatro ambientes: un ambiente estable (la cámara húmeda del laboratorio de la EPSEB), un ambiente interior (laboratorio de materiales de la EPSEB), un ambiente exterior urbano (patio de la EPSEB) y un ambiente exterior cercano a la costa (en el Masnou, comarca del Maresme, en la provincia de Barcelona).

Para los ensayos de termogravimetría, en cada ambiente se han expuesto muestras en bloque de los dos materiales estudiados para su análisis a 4, 7, 28, 56 y 90 días. Las muestras utilizadas han sido de una cuarta parte de probeta, es decir dados de 4x4x4 cm. Además, se han expuesto muestras en polvo de probetas molturadas transcurridas las 24 horas de curado en cámara húmeda de pasta de cemento Portland en los cuatro ambientes para su análisis a 7 días.

Para los ensayos de resistencia, en cada ambiente se han expuesto probetas de 4x4x16 cm de los dos materiales estudiados para su análisis a 7, 28 y 210 días.

Para los ensayos de difracción por rayos X, en cada ambiente se han expuesto muestras en bloque de pasta de cemento Portland para su análisis a 7 y 28 días. Las muestras utilizadas han sido de una cuarta parte de probeta, es decir dados de 4x4x4 cm.

3.3 ENSAYOS

El presente estudio se basa en los resultados obtenidos en 108 ensayos sobre las muestras y 5 ensayos sobre los componentes.

Tabla 3.4: Ensayos

Ensayo	Cantidad	Material
Granulometría	3	Arena
Termogravimetría	2	Polvo cemento portland
Resistencia flexión	12	Mortero
Resistencia flexión	12	Pasta de cemento
Resistencia compresión	16	Mortero
Resistencia compresión	16	Pasta de cemento
Termogravimetría	20	Mortero
Termogravimetría	24	Pasta de cemento
Difracción Rayos X	8	Pasta de cemento

3.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

El fenómeno de la difracción de Rayos X (DRX) consiste básicamente en un proceso de interferencias constructivas de ondas de rayos X que se produce en determinadas direcciones de espacio.

Significa que las ondas tienen que estar en fase, lo que ocurre cuando su diferencia de trayectoria es cero o un múltiplo entero de longitudes de onda.

La difracción de rayos X en muestras de polvo cristalino o muestras policristalinas surgió en Alemania por P. Debye y P. Scherrer en (1916) y casi al mismo tiempo se desarrolló a través de los estudios de Hull en los Estados Unidos. El descubrimiento del fenómeno de la difracción en este tipo de muestras se convierte rápidamente en una técnica experimental de extendido uso, debido básicamente al amplio campo de aplicación que podemos encontrar para el estudio de sustancias cristalinas. Hoy día esta técnica constituye una habitual herramienta de trabajo con una extraordinaria utilidad en muy distintas disciplinas científicas y tecnológicas, por el carácter polifacético en lo que se refiere a la gran variedad de información que proporciona.

La identificación de fases cristalinas constituye uno de los campos de aplicación más importantes del método de polvo cristalino.

Los ensayos se han realizado con un difractómetro Siemens D-500 con geometría Bragg-Brentano y con radiación $K\alpha_1$ Cu ($\lambda=1,54060\text{\AA}$), de los Servicios Científico-técnicos de la Universidad de Barcelona (imagen 3.5).

Imagen 3.5: Difractómetro de polvo



Para los ensayos de DRX, en cada ambiente se han expuesto muestras en bloque de pasta de cemento Portland para su análisis a 7 y 28 días. Las muestras expuestas han sido de una cuarta parte de probeta, es decir dados de 4x4x4 cm que se han molturado después de su secado durante 24 horas en un horno a una temperatura de $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

En el difractómetro de polvo, se obtiene un registro gráfico de las señales que las reflexiones originan en detectores electrónicos de radiación.

El registro gráfico o difractograma consiste en una serie de picos distribuidos en función de los valores angulares, 2θ , y que corresponden a los de las reflexiones que representan. Las alturas de estos máximos y más concretamente sus áreas constituyen magnitudes muy representativas de las intensidades de las reflexiones correspondientes, las cuales pueden ser medidas con gran exactitud y reproducibilidad.

La identificación de una fase cristalina por el método del polvo cristalino se basa en el hecho de que cada sustancia en estado cristalino tiene un diagrama de rayos X que le es característico. Estos diagramas están coleccionados en fichas, libros y bases de datos del Joint Committee on Powder Diffraction Standards y agrupados en índices de compuestos orgánicos, inorgánicos y minerales. Se trata, por lo tanto, de encontrar el mejor ajuste del diagrama experimental con uno de los coleccionados.

En este sentido, se obtiene para cada muestra un gráfico lineal que expresa las intensidades de las difracciones para cada valor de 2θ . La identificación de los componentes se realiza en base a los patrones normalizados y consiste en la superposición de los picos de los gráficos, determinando la presencia en función de la coincidencia de los picos representativos de cada uno de los componentes seleccionados. Para la identificación y análisis se ha utilizado el software X'Pert Plus.

3.3.2 TERMOGRAVIMETRÍA

Se han realizado ensayos de termogravimetría en muestras en bloque de mortero y de pasta a edades de 4, 7, 28, 56 y 90 días para cada uno de los 4 ambientes. Además, se ha realizado ensayo de muestras de pasta de cemento expuestas en polvo en los 4 ambientes a la edad de 7 días. Finalmente, se han realizado 2 ensayos de termogravimetría del cemento utilizado en la confección de las muestras, una al principio y otra al final del proceso de elaboración de probetas.

Los ensayos se han realizado mediante un equipo de construcción propia del laboratorio de la escuela. Se trata de un equipo formado por una mufla que alcanza 1000°C , una balanza de precisión PCE LSM 200 ($d=0,001\text{g}$) y un programa informático para la recogida de datos.

Las muestras se han secado previamente durante un período no inferior a 24 horas en un horno a una temperatura de $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

El proceso de ensayo consiste en situar la muestra en la mufla e incrementar la temperatura hasta llegar a los 1000°C en 4 horas. Durante este tiempo, se registra el peso de la muestra cada 20 segundos.

Imagen 3.6: Equipo de ensayo de termogravimetría



3.3.3 RESISTENCIA A FLEXIÓN

Se han realizado ensayos de resistencia a flexión en muestras a 7, 28 y 210 días tanto de pasta de cemento como de mortero para cada uno de los 4 ambientes.

La máquina de ensayo para la determinación de la resistencia a flexión (imagen 3.7) se ajusta a las prescripciones establecidas en la norma UNE EN 196-1:2005

Para la realización del ensayo se utiliza el método de carga de los tres puntos; se coloca el prisma en la máquina de ensayo, con una cara lateral sobre los rodillos soporte y con su eje longitudinal normal a los soportes. Se aplica la carga verticalmente mediante los rodillos de carga sobre la cara lateral opuesta del prisma y se incrementa uniformemente hasta rotura.

Se mantienen las mitades del prisma obtenidas cubiertas con un paño húmedo hasta el ensayo a compresión.

Imagen 3.7: Máquina de ensayo de resistencia a flexión



3.3.4 RESISTENCIA A COMPRESIÓN

Se han realizado ensayos de resistencia a compresión a partir de los bloques obtenidos de la rotura a flexión de las muestras a 7, 28 y 210 días tanto de pasta de cemento como de mortero para cada uno de los 4 ambientes.

La máquina de ensayo para la determinación de la resistencia a compresión (imagen 3.8) se ajusta a las prescripciones establecidas en la norma UNE EN 196-1:2005

Para la realización del ensayo se centra cada bloque lateralmente y longitudinalmente con relación a los platos de la máquina. Se aumenta la carga uniformemente hasta la rotura.

Imagen 3.8: Máquinas para ensayo de resistencia a compresión



3.4 MUESTRAS

Como resultado del cruce entre ambientes, materiales, tiempos de exposición y ensayos a realizar, se han utilizado las 77 muestras que se detallan en la tabla 3.9.

Tabla 3.9: Muestras ensayadas (1/2)

Identificador	Material	Tiempo de exposición	Ambiente	Ensayo
1A	Mortero	7 días	Masnou	Resistencia
2B	Mortero	7 días	Patio	Resistencia
3C	Mortero	7 días	Laboratorio	Resistencia
4D	Mortero	7 días	Cámara Húmeda	Resistencia
9R	Pasta de cemento	7 días	Masnou	Resistencia
2S	Pasta de cemento	7 días	Patio	Resistencia
11T	Pasta de cemento	7 días	Laboratorio	Resistencia
4U	Pasta de cemento	7 días	Cámara Húmeda	Resistencia
M1A	Mortero	28 días	Masnou	Resistencia
M1F	Mortero	28 días	Patio	Resistencia
M1E	Mortero	28 días	Laboratorio	Resistencia
16D	Mortero	28 días	Cámara Húmeda	Resistencia
P1A	Pasta de cemento	28 días	Masnou	Resistencia
P1F	Pasta de cemento	28 días	Patio	Resistencia
P1E	Pasta de cemento	28 días	Laboratorio	Resistencia
16U	Pasta de cemento	28 días	Cámara Húmeda	Resistencia
M5M	Mortero	210 días	Masnou	Resistencia
M5P	Mortero	210 días	Patio	Resistencia
M5L	Mortero	210 días	Laboratorio	Resistencia
M5C	Mortero	210 días	Cámara Húmeda	Resistencia
P5M	Pasta de cemento	210 días	Masnou	Resistencia
P5P	Pasta de cemento	210 días	Patio	Resistencia
P5L	Pasta de cemento	210 días	Laboratorio	Resistencia
P5C	Pasta de cemento	210 días	Cámara Húmeda	Resistencia
S1	Polvo de pasta de cemento	7 días	Masnou	Termogravimetría
S3	Polvo de pasta de cemento	7 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
S2	Polvo de pasta de cemento	7 días	Laboratorio	Termogravimetría
S4	Polvo de pasta de cemento	7 días	Patio	Termogravimetría
19A	Mortero	04 días	Masnou	Termogravimetría
23D	Mortero	04 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
19B	Mortero	04 días	Laboratorio	Termogravimetría
23C	Mortero	04 días	Patio	Termogravimetría
19R	Pasta de cemento	04 días	Masnou	Termogravimetría
23L	Pasta de cemento	04 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
19S	Pasta de cemento	04 días	Laboratorio	Termogravimetría
23K	Pasta de cemento	04 días	Patio	Termogravimetría
<i>(continúa)</i>				

Tabla 3.9: Muestras ensayadas (2/2)

Identificador	Material	Tiempo de exposición	Ambiente	Ensayo
19C	Mortero	07 días	Masnou	Termogravimetría
24D	Mortero	07 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
19D	Mortero	07 días	Laboratorio	Termogravimetría
24C	Mortero	07 días	Patio	Termogravimetría
19T	Pasta de cemento	07 días	Masnou	Termogravimetría
24L	Pasta de cemento	07 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
19U	Pasta de cemento	07 días	Laboratorio	Termogravimetría
24K	Pasta de cemento	07 días	Patio	Termogravimetría
23A	Mortero	30 días	Masnou	Termogravimetría
24B	Mortero	30 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
24A	Mortero	30 días	Laboratorio	Termogravimetría
23B	Mortero	30 días	Patio	Termogravimetría
23R	Pasta de cemento	30 días	Masnou	Termogravimetría
24S	Pasta de cemento	30 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
24R	Pasta de cemento	30 días	Laboratorio	Termogravimetría
23S	Pasta de cemento	30 días	Patio	Termogravimetría
22A	Mortero	56 días	Masnou	Termogravimetría
22D	Mortero	56 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
22C	Mortero	56 días	Laboratorio	Termogravimetría
22B	Mortero	56 días	Patio	Termogravimetría
22R	Pasta de cemento	56 días	Masnou	Termogravimetría
22U	Pasta de cemento	56 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
22T	Pasta de cemento	56 días	Laboratorio	Termogravimetría
22S	Pasta de cemento	56 días	Patio	Termogravimetría
20A	Mortero	90 días	Masnou	Termogravimetría
20D	Mortero	90 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
20C	Mortero	90 días	Laboratorio	Termogravimetría
20B	Mortero	90 días	Patio	Termogravimetría
20R	Pasta de cemento	90 días	Masnou	Termogravimetría
20U	Pasta de cemento	90 días	Cámara Húmeda	Termogravimetría
20T	Pasta de cemento	90 días	Laboratorio	Termogravimetría
20S	Pasta de cemento	90 días	Patio	Termogravimetría
PTL A	Polvo de cemento sin hidratar	0 días	--	Termogravimetría
PTL B	Polvo de cemento sin hidratar	150 días	--	Termogravimetría
X1	Pasta de cemento	7 días	Masnou	Difracción
X2	Pasta de cemento	28 días	Masnou	Difracción
X3	Pasta de cemento	7 días	Laboratorio	Difracción
X4	Pasta de cemento	28 días	Laboratorio	Difracción
X5	Pasta de cemento	7 días	Cámara Húmeda	Difracción
X6	Pasta de cemento	28 días	Cámara Húmeda	Difracción
X7	Pasta de cemento	7 días	Patio	Difracción
X8	Pasta de cemento	28 días	Patio	Difracción

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

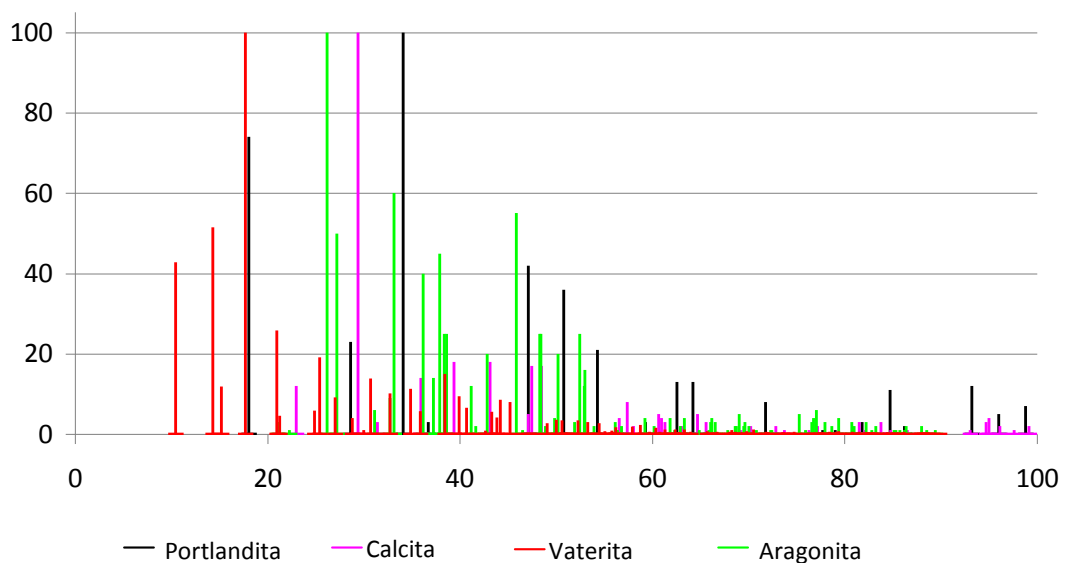
4.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Como ya se ha comentado en el capítulo 3, el análisis de los resultados de los ensayos de difracción se realiza a partir de la identificación de los compuestos cristalinos en los difractogramas en base a patrones normalizados y aceptados con ayuda de soporte informático.

Para el presente proyecto se han utilizado patrones de portlandita (Ca(OH)_2), calcita (CaCO_3), aragonita (CaCO_3) y vaterita (CaCO_3). Los datos relativos a estos patrones se encuentran en el punto 1 del anexo.

El gráfico 4.4 muestra los patrones de los compuestos mencionados. El eje vertical expresa la intensidad de la difracción para cada posición del ángulo 2θ .

Gráfico 4.1: Patrón de intensidad de portlandita Ca(OH)_2 , calcita CaCO_3 , aragonita CaCO_3 y vaterita CaCO_3



El análisis de los difractogramas de las muestras se realiza a partir de la identificación de los picos correspondientes a las intensidades representativas de cada patrón.

En los gráficos 4.2 y 4.3 se muestran superpuestos los difractogramas de las muestras expuestas 7 días y 28 días, respectivamente. Se han señalado los picos más representativos de los patrones de las fases mencionadas anteriormente. En los gráficos, el eje vertical muestra la intensidad de la señal para cada posición del ángulo 2θ .

Gráfico 4.2: Difractograma de muestras de pasta de cemento expuestas 7 días

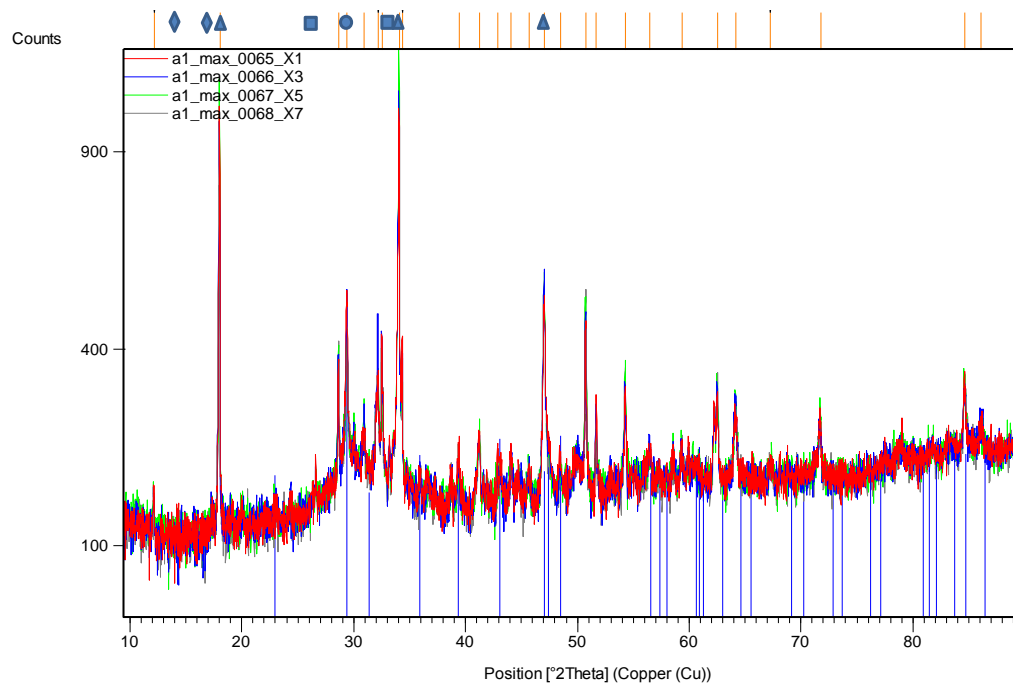
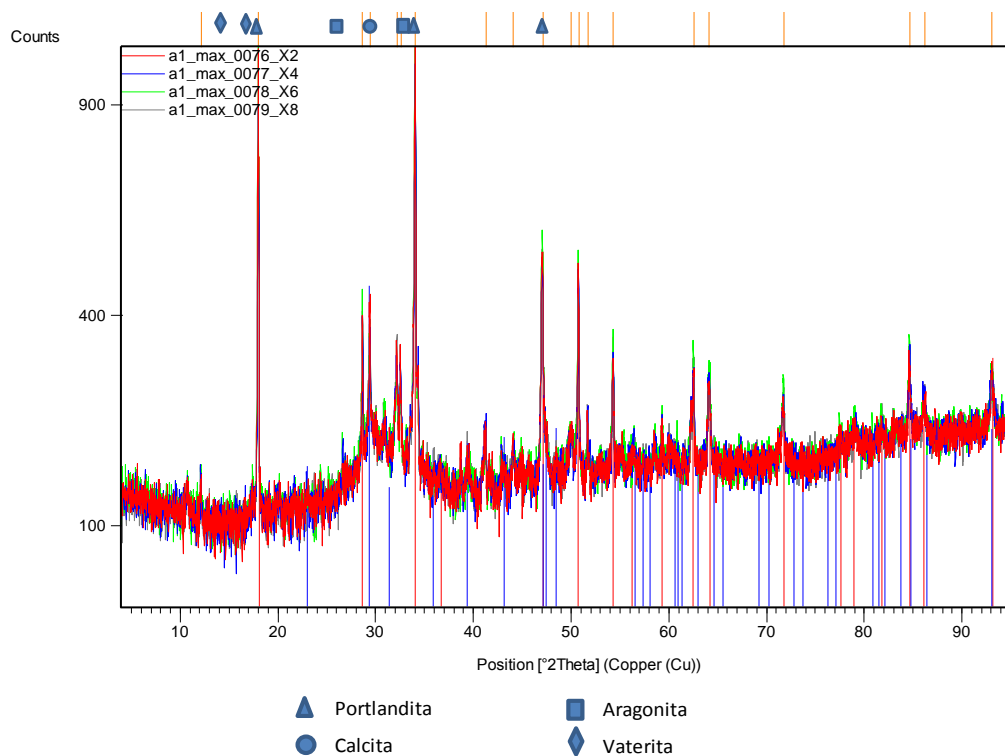


Gráfico 4.3: Difractograma de muestras de pasta de cemento expuestas 28 días



Como se observa, las muestras a 7 y 28 días de pasta de cemento portland no presentan las fases de carbonato de calcio aragonita y vaterita. La portlandita y la calcita, en cambio, se hallan en todas las muestras analizadas.

Si tomamos en consideración los resultados anteriores y examinamos los picos representativos de los difractogramas (para la portlandita, en los ángulos 34,09 y 18,09 y para la calcita en la posición 29,41), podemos comparar las muestras en función del ambiente de exposición, tal y como se representa en los gráficos 4.4 Y 4.5.

Gráfico 4.4: Difractograma de muestras a 7 días. Ampliación de los picos representativos de portlandita y calcita

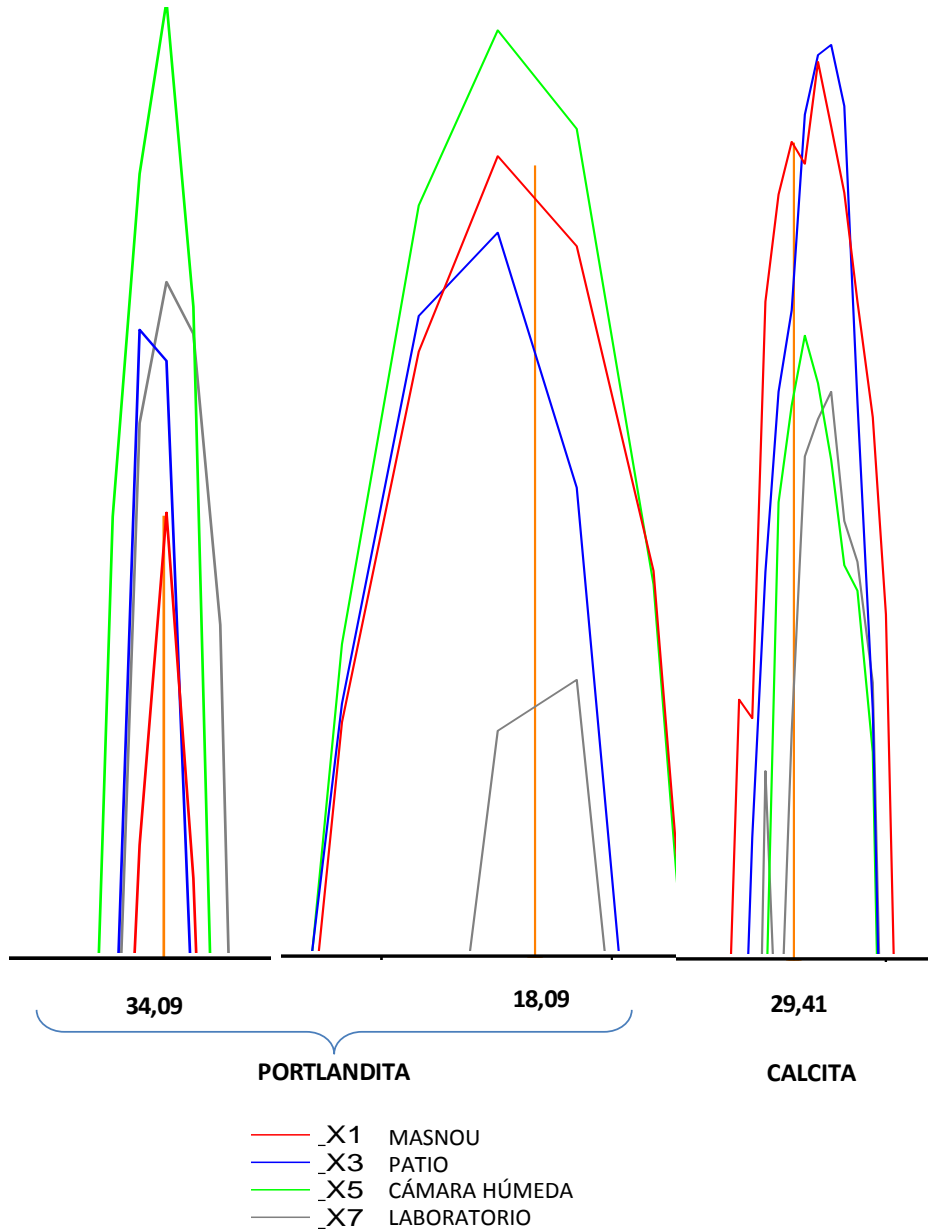
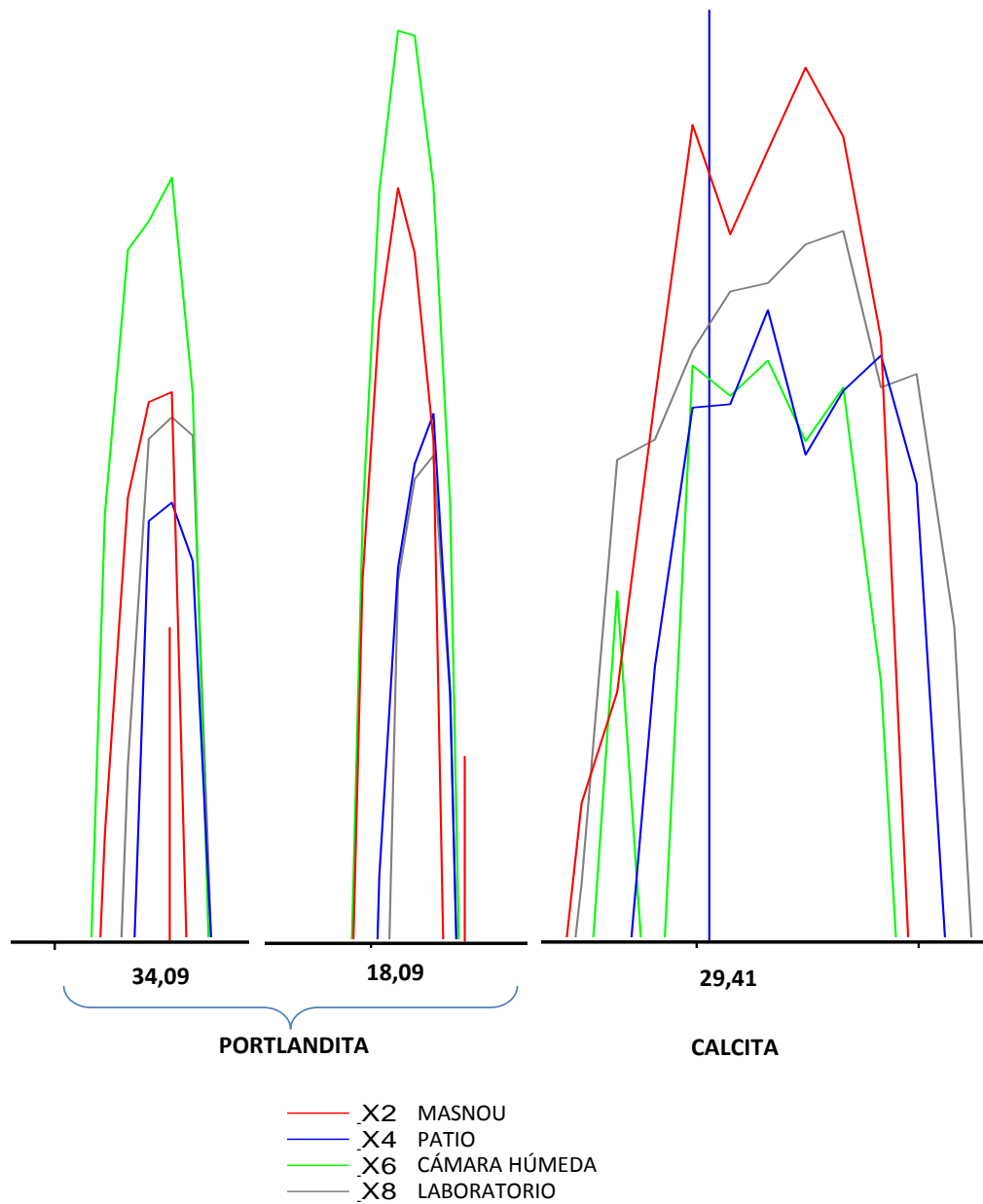


Gráfico 4.5: Difractograma de muestras a 28 días. Ampliación de los picos representativos de portlandita y calcita

Como se puede observar, para las dos edades analizadas, la muestra de la cámara húmeda presenta los valores más altos de portlandita y los más bajos de calcita. En el caso de la muestra de Masnou, a 28 días presenta el segundo valor más alto de portlandita, aunque no ocurre lo mismo en la muestra a 7 días. En términos generales, la humedad ambiental favorece la presencia de portlandita.

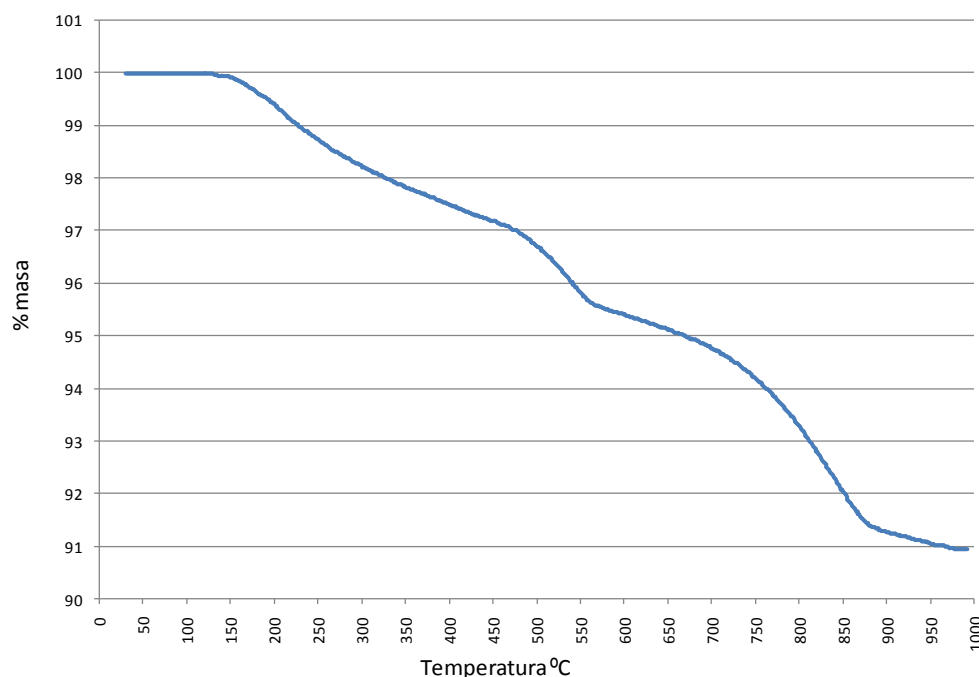
4.2 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO

4.2.1 METODOLOGÍA Y FORMULACIÓN

Como ya se ha comentado, la carbonatación del cemento hidratado se produce por la reacción del hidróxido de calcio (portlandita) con el dióxido de carbono de la atmósfera, produciendo carbonato cálcico y agua. Mediante la difracción de rayos X se comprueba la existencia tanto de portlandita como de carbonato de calcio. Pero para poder cuantificar los porcentajes de masa tanto de la portlandita como del carbonato sobre las muestras se han realizado ensayos de termogravimetría. Los análisis termogravimétricos permiten evaluar las pérdidas de masa que sufre la muestra con la temperatura. En este caso, se registró la masa y la temperatura cada 20 segundos. Con la lectura registrada en cada ensayo, se calculan las variaciones de la masa de la muestra en función del incremento de temperatura.

Si tomamos los resultados que registra el ensayo termogravimétrico de una muestra y dibujamos la gráfica con la temperatura en el eje X y el porcentaje de masa en el eje Y, el resultado es similar al del gráfico 4.6. En este análisis termogravimétrico se observa una primera pérdida de masa con una pendiente suave, entre 150 y 350 °C, y dos saltos con más pendiente entre 450 y 600 °C y entre 700 y 900 °C, respectivamente.

Gráfico 4.6: Ejemplo de curva termogravimétrica de pasta de cemento portland



Para interpretar dichos resultados, cabe partir de los siguientes datos e hipótesis:

La pérdida de masa entre 150 y 350°C corresponde a la deshidratación de los silicatos cálcicos hidratados, así como a la descomposición de la etringita

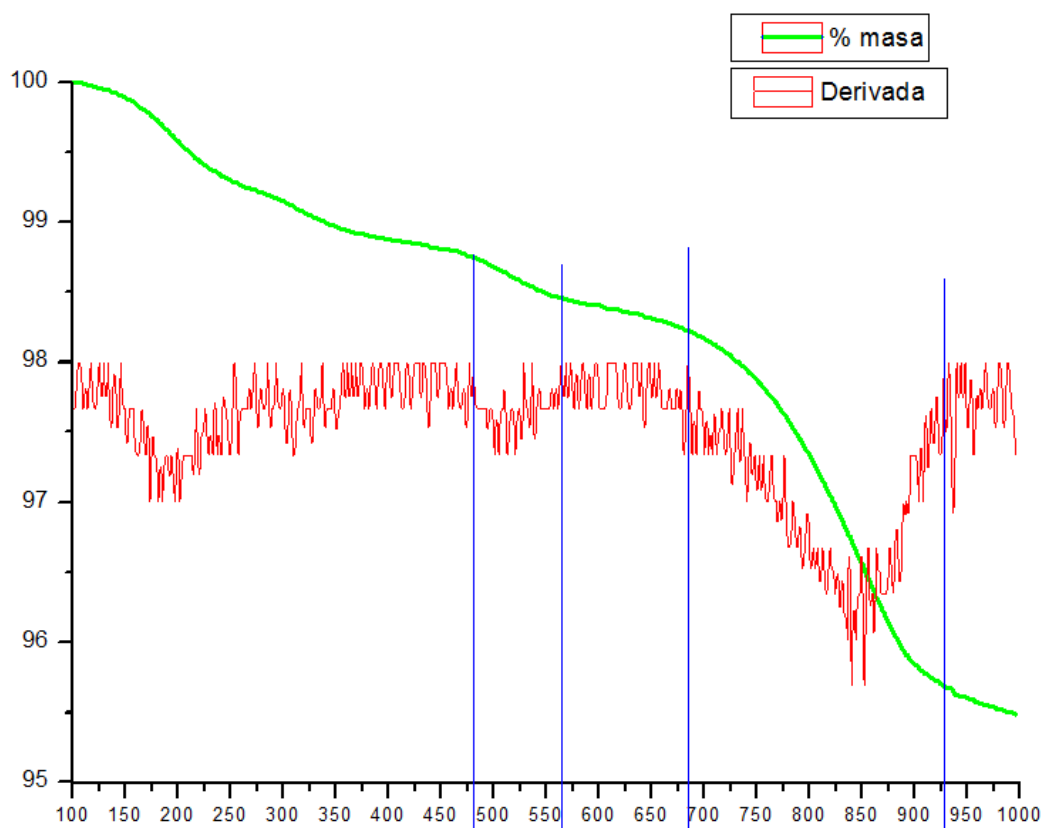
La portlandita se descompone entre los 450 y 600 °C, aproximadamente, y el carbonato de calcio entre los 700 y 900 °C. La portlandita se descompone en óxido de calcio y agua,

mientras que el carbonato lo hace en óxido de calcio y dióxido de carbono. En ambos casos, el óxido de calcio se mantiene estable pero tanto el agua como el dióxido de carbono se evaporan. Esta evaporación supone una pérdida de masa de la muestra que queda registrada en las lecturas de la balanza.

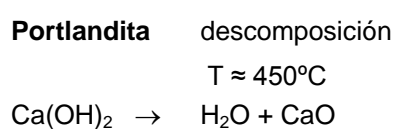
De éstas, la primera se corresponde con la evaporación del agua fruto de la descomposición de la portlandita y la segunda, con la evaporación del dióxido de carbono resultante de la descomposición del carbonato de calcio.

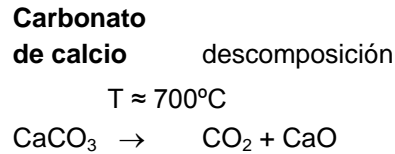
Para determinar con mayor exactitud los puntos de inicio y final de estas pérdidas de masa se utiliza la derivada de la curva anterior, con la ayuda de programas de cálculo matemático, y se obtiene un gráfico similar al siguiente:

Gráfico 4.7: Ejemplo de superposición de curva termogravimétrica y su derivada



Con los datos gráficos de la derivada se determina el inicio y final de los escalones mencionados. Una vez establecidos los puntos inicial y final de cada escalón, se calcula el porcentaje de pérdida de masa correspondiente según la tabla de resultados que proporciona el ensayo de termogravimetría y se procede al cálculo de la cantidad de portlandita y de carbonato de calcio que había en la muestra según las siguientes formulaciones:





A partir de estas reacciones, se puede establecer que conocida la cantidad de agua que se evapora también se puede conocer la cantidad de portlandita que la contenía y, del mismo modo, se puede obtener la cantidad de carbonato de calcio a partir de la pérdida de dióxido de carbono.

Como ejemplo de lo expuesto, supongamos que en el primer escalón la pérdida de masa es de un 2% y en el segundo, del 3%.

El 2% corresponde al agua evaporada, por lo que si las masas moleculares de los compuestos que analizamos son:

$\text{Ca}(\text{OH})_2$: 74 g/mol

CaO : 56,1 g/mol

H_2O : 18 g/mol

Se puede afirmar que por cada 18 g de agua existían 74 g de portlandita, por lo que si un 2% de la masa del material se correspondía con el agua evaporada, el porcentaje de portlandita en la muestra era de:

$$2\% \rightarrow 18$$

$$x \rightarrow 74 \quad \Rightarrow \quad 74 \cdot 2/18 = x \quad \Rightarrow \quad x = 8,22\%$$

Análogamente, si el 3% se corresponde al dióxido de carbono evaporado, y tenemos las siguientes masas moleculares:

CaCO_3 : 100,1 g/mol

CaO : 56,1 g/mol

CO_2 : 44 g/mol

Por cada 44 g de dióxido existían 100 g de carbonato de calcio, por lo que si un 3% de la masa del material se correspondía con el dióxido evaporado, el porcentaje de carbonato de calcio en la muestra era de:

$$3\% \rightarrow 44$$

$$x \rightarrow 100 \quad \Rightarrow \quad 100 \cdot 3/44 = x \quad \Rightarrow \quad x = 6,82\%$$

Finalmente, en las muestras de mortero se han calculado los porcentajes aproximados respecto del contenido de cemento, por lo que, basándonos en la dosificación en masa

utilizada en la elaboración de las muestras (1 parte de cemento por cada 3 partes de arena), los porcentajes obtenidos mediante la termogravimetría se han multiplicado por cuatro.

4.2.2 RESULTADOS

De acuerdo con el método explicado, se han cuantificado las pérdidas de masa asociadas a la descomposición de las moléculas de hidróxido de calcio y de carbonato cálcico que se produce en intervalos de temperatura aproximados de 450°C-600°C y 750°-900°C, respectivamente.

A continuación se presentan las tablas de resultados calculados de porcentaje de portlandita y carbonato de calcio en las muestras.

Tabla 4.8: Porcentajes de portlandita y carbonato de calcio calculados (1)

MUESTRA	MATERIAL	EXP	TIEMPO	%Ca(OH) ₂	%CaCO ₃	%CaCO ₃ **
23D	MORTERO	CÁMARA H.	04D	26,5%	39,5%	35,0%
19B	MORTERO	LABORATORIO	04D	19,9%	30,9%	26,4%
19A	MORTERO	MASNOU	04D	25,0%	31,5%	27,0%
23C	MORTERO	PATIO	04D	19,7%	26,6%	22,1%
24D	MORTERO	CÁMARA H.	07D	21,9%	43,1%	38,6%
19D	MORTERO	LABORATORIO	07D	16,1%	34,8%	30,3%
19C	MORTERO	MASNOU	07D	17,6%	51,8%	47,3%
24C	MORTERO	PATIO	07D	23,8%	49,5%	45,0%
24B	MORTERO	CÁMARA H.	28D	25,0%	45,3%	40,8%
24A	MORTERO	LABORATORIO	28D	17,4%	43,0%	38,5%
23A	MORTERO	MASNOU	28D	15,6%	46,3%	41,8%
23B	MORTERO	PATIO	28D	21,7%	30,0%	25,5%
22D	MORTERO	CÁMARA H.	56D	26,3%	33,3%	28,8%
22C	MORTERO	LABORATORIO	56D	13,3%	44,0%	39,5%
22A	MORTERO	MASNOU	56D	18,9%	46,2%	41,7%
22B	MORTERO	PATIO	56D	23,8%	33,1%	28,6%
20D	MORTERO	CÁMARA H.	90D	30,6%	39,9%	35,4%
20C	MORTERO	LABORATORIO	90D	19,4%	38,4%	33,9%
20A	MORTERO	MASNOU	90D	17,6%	38,8%	34,3%
20B	MORTERO	PATIO	90D	24,5%	30,5%	26,0%
23L	PASTA	CÁMARA H.	04D	17,1%	7,8%	3,3%
19S	PASTA	LABORATORIO	04D	19,5%	8,1%	3,6%
19R	PASTA	MASNOU	04D	18,2%	7,7%	3,2%
23K	PASTA	PATIO	04D	15,6%	11,2%	6,7%
24L	PASTA	CÁMARA H.	07D	16,6%	8,3%	3,8%
19U	PASTA	LABORATORIO	07D	17,5%	6,6%	2,1%
19T	PASTA	MASNOU	07D	15,8%	7,0%	2,5%
24K	PASTA	PATIO	07D	14,3%	6,5%	2,0%

(continúa)

Tabla 4.8: Porcentajes de portlandita y carbonato de calcio calculados (y 2)

MUESTRA	MATERIAL	EXP	TIEMPO	%Ca(OH) ₂	%CaCO ₃	%CaCO ₃ **
24S	PASTA	CÁMARA H.	28D	21,7%	8,3%	3,8%
24R	PASTA	LABORATORIO	28D	18,7%	8,6%	4,1%
23R	PASTA	MASNOU	28D	16,9%	10,8%	6,3%
23S	PASTA	PATIO	28D	19,7%	12,1%	7,6%
22U	PASTA	CÁMARA H.	56D	22,7%	7,3%	2,8%
22T	PASTA	LABORATORIO	56D	13,7%	9,0%	4,5%
22R	PASTA	MASNOU	56D	12,2%	18,7%	14,2%
22S	PASTA	PATIO	56D	13,7%	13,9%	9,4%
20U	PASTA	CÁMARA H.	90D	22,0%	7,9%	3,4%
20T	PASTA	LABORATORIO	90D	13,0%	15,1%	10,6%
20R	PASTA	MASNOU	90D	17,7%	14,3%	9,8%
20S	PASTA	PATIO	90D	16,1%	13,5%	9,0%
S3	POLVO PASTA	CÁMARA H.	07D	20,2%	10,9%	6,4%
S2	POLVO PASTA	LABORATORIO	07D	12,5%	22,3%	17,8%
S1	POLVO PASTA	MASNOU	07D	15,5%	15,7%	11,2%
S4	POLVO PASTA	PATIO	07D	13,6%	21,5%	17,0%
PTLA	Portland	Barril	0D	1,5%	3,1%	
PTLB	Portland	Barril	150D	1,2%	5,8%	

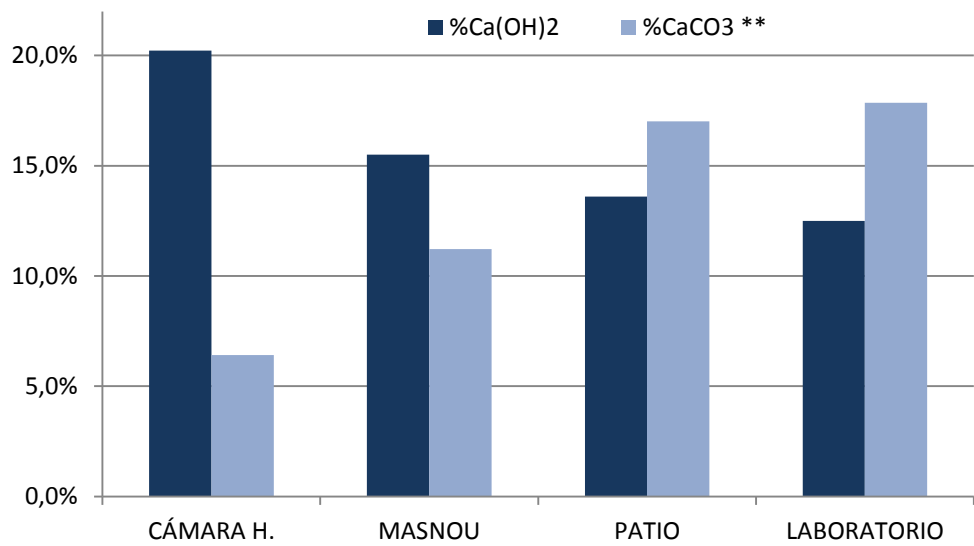
De acuerdo con los datos obtenidos en las muestras de cemento sin hidratar (PTLA y PTLB), se ha minorado el contenido de carbonato de calcio en 4,5 puntos porcentuales como media del contenido que existe en el cemento antes de realizar las probetas. Los resultados minorados se señalan en las tablas con la marca ** y son los utilizados en el análisis.

Tal y como se expone en la introducción, cabe advertir que el proceso de elaboración de las muestras utilizadas en el estudio, a pesar de seguir detalladamente los pasos descritos en el capítulo 3, es susceptible de presentar variaciones en la composición de las probetas, en las condiciones ambientales o el estado de los componentes. En este sentido, el análisis de los resultados que se expone a continuación asume las posibles discrepancias existentes con otros estudios y se refiere únicamente a los datos obtenidos en los ensayos realizados para este proyecto.

Como se puede apreciar en el gráfico 4.9, relativo a las muestras de polvo de pasta de cemento de 7 días de edad, los porcentajes de portlandita [Ca(OH)₂] están claramente relacionados con la humedad ambiental, que por otro lado coincide con la premisa de formación de este compuesto, resultante en gran parte de la combinación de los componentes del cemento portland con el agua en el proceso de hidratación.

A su vez, se aprecia cómo la presencia de humedad disminuye el contenido de carbonato de la muestra. Los resultados muestran como la combinación de humedad y un ambiente poco contaminado contribuyen a la protección de la muestra frente al dióxido de carbono.

Gráfico 4.9: Porcentajes de portlandita y carbonato de calcio en muestras de polvo de pasta de cemento portland a los 7 días de exposición



Cuando analizamos el resto de muestras, expuestas en bloque, los resultados presentan ciertas variaciones, tal como se puede apreciar en los gráficos siguientes.

Gráfico 4.10: Porcentajes de portlandita en muestras de pasta de cemento portland según el ambiente y tiempo de exposición

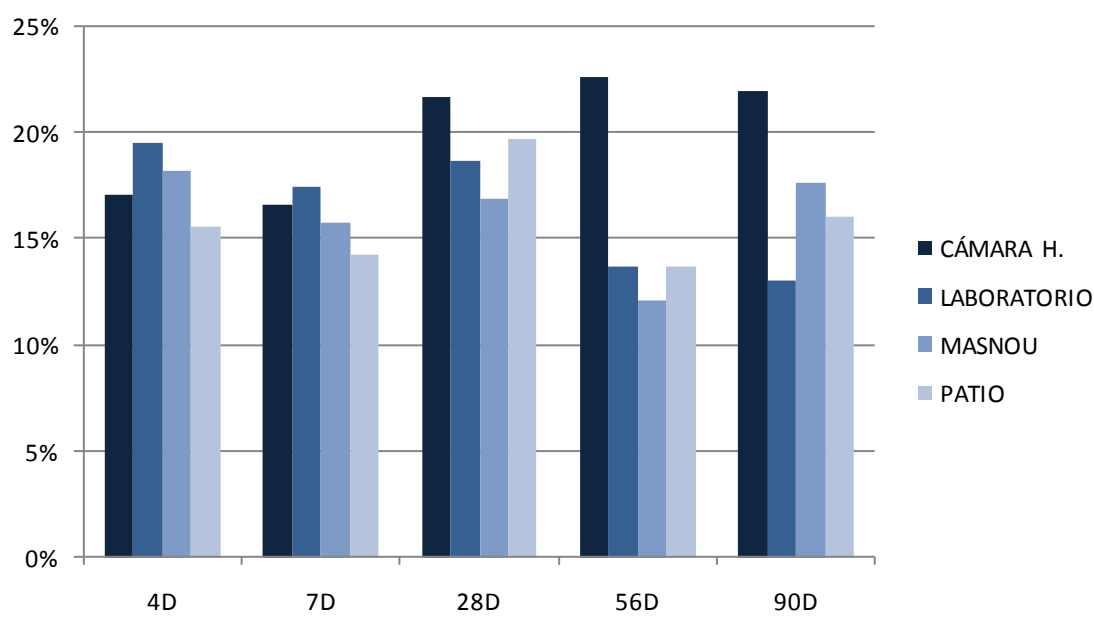


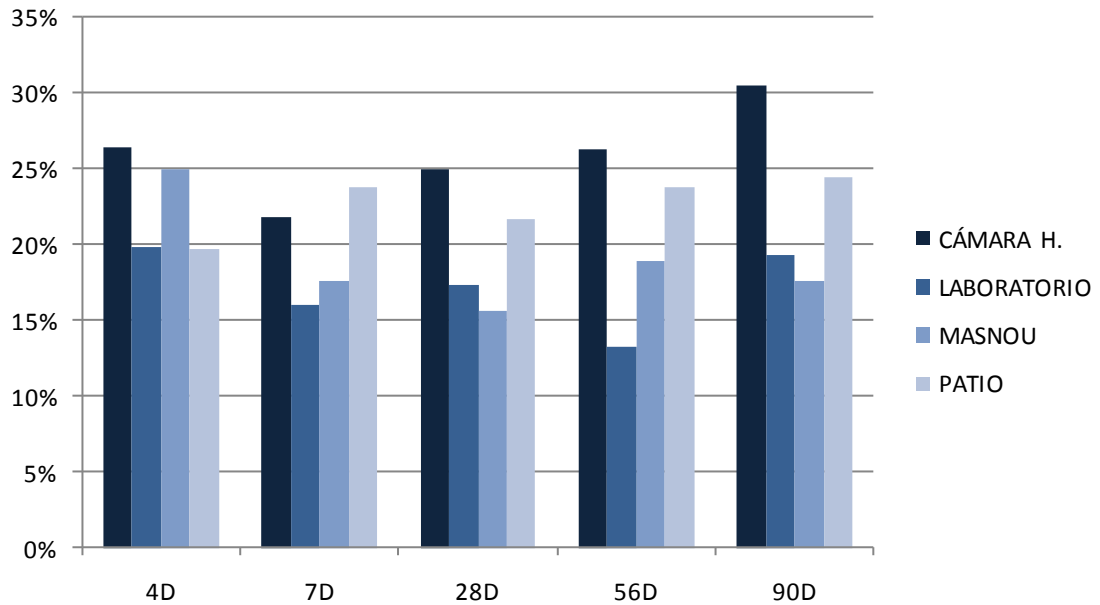
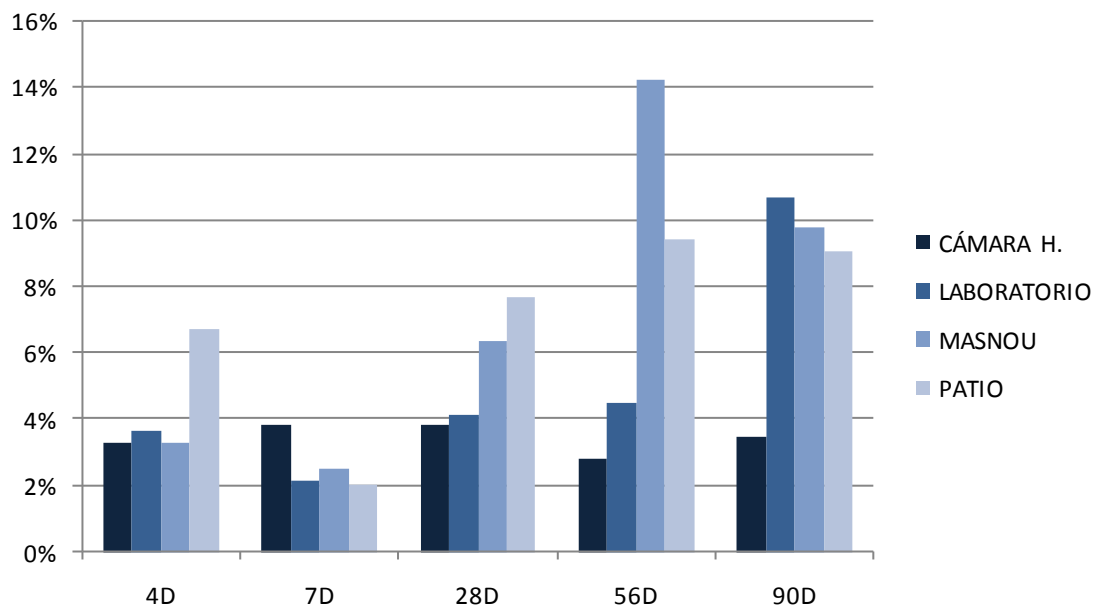
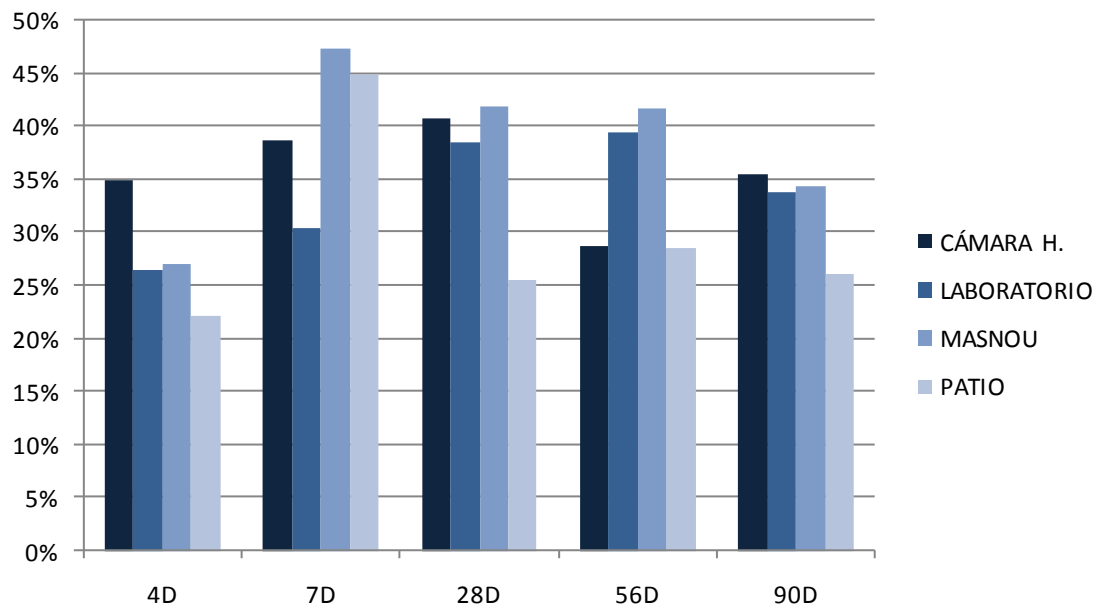
Gráfico 4.11: Porcentajes de portlandita en muestras de mortero según el ambiente y tiempo de exposición**Gráfico 4.12: Porcentajes de carbonato de calcio en muestras de pasta de cemento portland según el ambiente y tiempo de exposición**

Gráfico 4.13: Porcentajes de carbonato de calcio en muestras de mortero según el ambiente y tiempo de exposición

Como se puede observar, la portlandita presenta valores superiores en las muestras expuestas en la cámara húmeda, pero no se pueden establecer otros patrones en cuanto a la diferencia entre ambientes de exposición. En cuanto a la edad de las muestras, se observa un incremento de los porcentajes de carbonato en las pastas de edades mayores, pero no en el caso de los morteros. Cabe comentar que la composición heterogénea del mortero puede comportar que el contenido de cemento difiera de la cuarta parte establecida en los cálculos y puede ser, en parte, la causa de no poder extraer un patrón de comportamiento en las muestras de este material.

Si analizamos los diferentes materiales, el mortero presenta porcentajes de carbonatación muy superiores a la pasta de cemento, mientras que la portlandita, aun siendo más elevada en el mortero, es similar en ambos materiales.

Podemos resumir que:

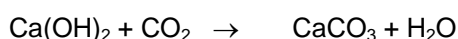
- La formación de portlandita es superior en la cámara húmeda en casi todas las edades ensayadas para ambos materiales.
- La carbonatación de la pasta de cemento es casi inexistente para edades de 4 y 7 días, mientras que en el caso del mortero siempre es elevada.

La porosidad del material puede ser una de las causas que influya en la velocidad de carbonatación, puesto que facilita la entrada de dióxido de carbono. La mayor porosidad de las muestras de mortero frente a las de pasta podría explicar la diferencia en los valores obtenidos.

En el caso de las muestras de pasta mantenidas en cámara húmeda, que proporciona unas condiciones ambientales más controladas, se puede observar que el porcentaje de portlandita a 4 y 7 días es aproximadamente el mismo y aumenta a 28 días, manteniéndose prácticamente constante a edades superiores. En el caso de las muestras sometidas a ambientes para los cuales se produce una carbonatación significativa, los valores de portlandita se deben correlacionar con la cantidad de carbonato de calcio formado ya que este proceso consume portlandita para producir carbonato de calcio.

Para profundizar en el análisis, se han calculado los porcentajes de portlandita carbonatada y de portlandita total formada en la muestra en base a la siguiente hipótesis de trabajo:

Análogamente al método de cálculo para la determinación del porcentaje en masa de hidróxido de calcio y de carbonato de calcio, si suponemos que el carbonato de calcio que contiene la muestra (minorado en un 4,5% como se ha explicado en párrafos anteriores) se ha formado a partir de la carbonatación de la portlandita, obtenemos la siguiente ecuación:



Ca(OH)_2 : 74 g/mol

CaCO_3 : 100,1 g/mol

H_2O : 18 g/mol

CO_2 : 44 g/mol

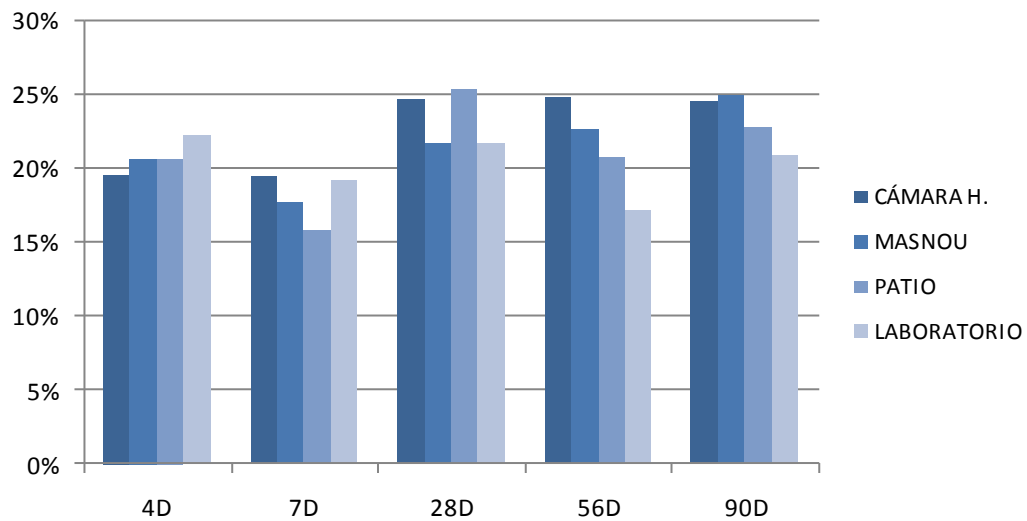
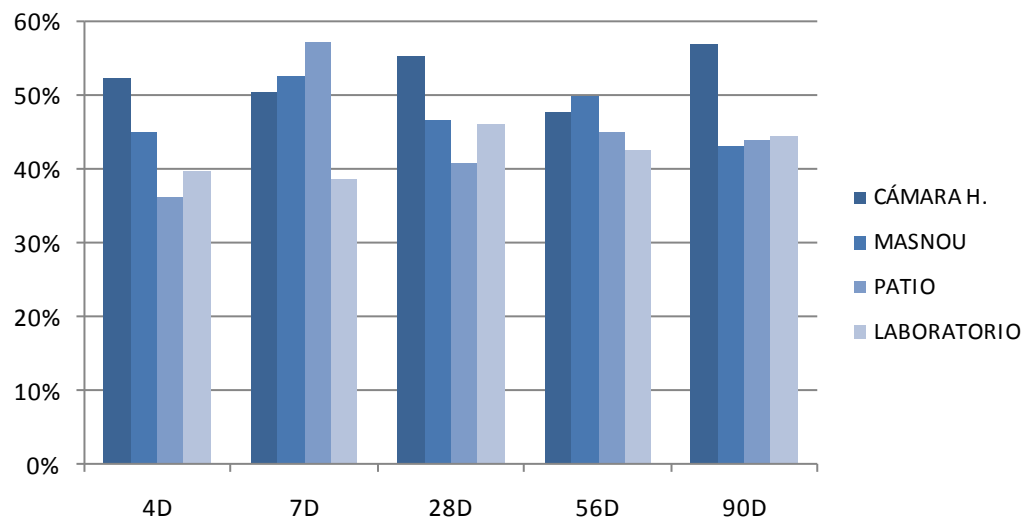
Por lo que se puede afirmar que por cada 100,1 g de carbonato de calcio existían 74 g de portlandita que han sufrido un proceso de carbonatación. A su vez, se puede estimar el contenido total de portlandita de la muestra como suma del porcentaje que se acaba de definir y del porcentaje de portlandita calculado a partir de la termogravimetría y presentado en la tabla 4.8.

En resumen: se ha estimado el porcentaje en masa sobre la muestra de portlandita que existiría de no haberse producido carbonatación y, una vez hallado, se ha calculado qué parte de esa portlandita total estimada se ha transformado en carbonato de calcio.

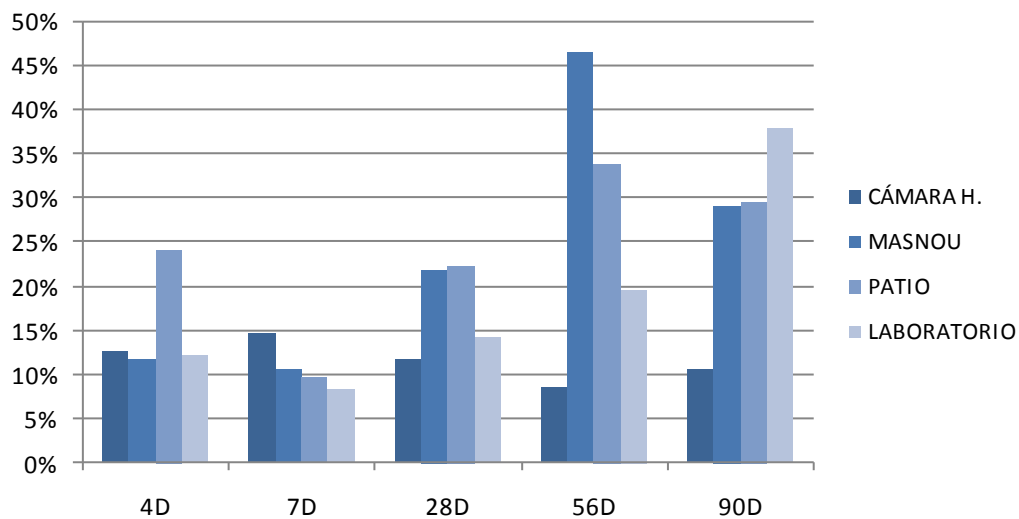
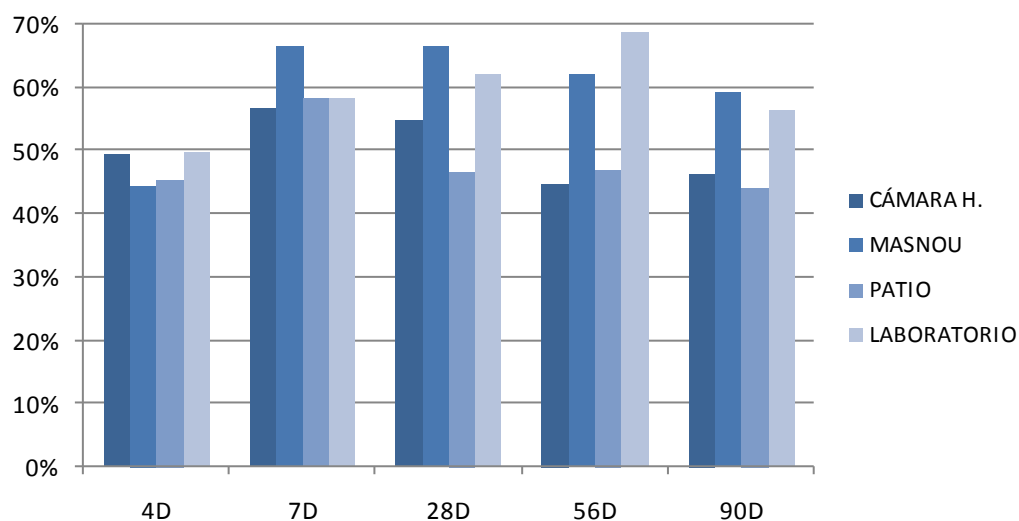
En base a todo lo anterior, la tabla 4.14 muestra los porcentajes en masa calculados de portlandita que ha producido carbonato de calcio (a), portlandita total estimada, correspondiente a la portlandita que ha producido carbonato cálcico más la portlandita que todavía quedaba en la muestra en el momento del análisis de termogravimetría (b), y la ratio de portlandita carbonatada sobre el total estimado (a/b).

Tabla 4.14: Porcentajes de portlandita productora de carbonato de calcio (a), portlandita total estimada (b) y ratio de portlandita carbonatada sobre la total estimada (a/b)

MUESTRA	MATERIAL	EXP	TIEMPO	%Ca(OH) ₂ -- >%CaCO ₃	%Ca(OH) ₂ total estimada	Ratio de portlandita carbonatada
				a	b	a/b
23D	MORTERO	CÁMARA H.	04D	25,9%	52,4%	49,5%
19A	MORTERO	MASNOU	04D	20,0%	45,0%	44,4%
23C	MORTERO	PATIO	04D	16,4%	36,2%	45,4%
19B	MORTERO	LABORATORIO	04D	19,6%	39,5%	49,6%
24D	MORTERO	CÁMARA H.	07D	28,6%	50,5%	56,7%
19C	MORTERO	MASNOU	07D	35,1%	52,7%	66,6%
24C	MORTERO	PATIO	07D	33,3%	57,2%	58,3%
19D	MORTERO	LABORATORIO	07D	22,5%	38,6%	58,2%
24B	MORTERO	CÁMARA H.	28D	30,2%	55,2%	54,7%
23A	MORTERO	MASNOU	28D	31,0%	46,6%	66,5%
23B	MORTERO	PATIO	28D	18,9%	40,6%	46,6%
24A	MORTERO	LABORATORIO	28D	28,5%	46,0%	62,1%
22D	MORTERO	CÁMARA H.	56D	21,3%	47,6%	44,8%
22A	MORTERO	MASNOU	56D	30,9%	49,8%	62,0%
22B	MORTERO	PATIO	56D	21,2%	45,0%	47,1%
22C	MORTERO	LABORATORIO	56D	29,3%	42,6%	68,7%
20D	MORTERO	CÁMARA H.	90D	26,2%	56,8%	46,2%
20A	MORTERO	MASNOU	90D	25,4%	43,0%	59,1%
20B	MORTERO	PATIO	90D	19,3%	43,8%	44,1%
20C	MORTERO	LABORATORIO	90D	25,1%	44,5%	56,4%
23L	PASTA	CÁMARA H.	04D	2,5%	19,5%	12,6%
19R	PASTA	MASNOU	04D	2,4%	20,6%	11,8%
23K	PASTA	PATIO	04D	5,0%	20,6%	24,1%
19S	PASTA	LABORATORIO	04D	2,7%	22,2%	12,1%
24L	PASTA	CÁMARA H.	07D	2,9%	19,5%	14,7%
19T	PASTA	MASNOU	07D	1,9%	17,7%	10,6%
24K	PASTA	PATIO	07D	1,5%	15,8%	9,6%
19U	PASTA	LABORATORIO	07D	1,6%	19,1%	8,4%
24S	PASTA	CÁMARA H.	28D	2,9%	24,6%	11,7%
23R	PASTA	MASNOU	28D	4,7%	21,7%	21,8%
23S	PASTA	PATIO	28D	5,7%	25,4%	22,3%
24R	PASTA	LABORATORIO	28D	3,1%	21,8%	14,1%
22U	PASTA	CÁMARA H.	56D	2,1%	24,8%	8,5%
22R	PASTA	MASNOU	56D	10,5%	22,7%	46,4%
22S	PASTA	PATIO	56D	7,0%	20,7%	33,7%
22T	PASTA	LABORATORIO	56D	3,3%	17,1%	19,6%
20U	PASTA	CÁMARA H.	90D	2,6%	24,5%	10,5%
20R	PASTA	MASNOU	90D	7,3%	24,9%	29,1%
20S	PASTA	PATIO	90D	6,7%	22,8%	29,5%
20T	PASTA	LABORATORIO	90D	7,9%	20,9%	37,8%
S3	POLVO PASTA	CÁMARA H.	07D	4,8%	25,0%	19,0%
S1	POLVO PASTA	MASNOU	07D	8,3%	23,8%	34,9%
S4	POLVO PASTA	PATIO	07D	12,6%	26,2%	48,1%
S2	POLVO PASTA	LABORATORIO	07D	13,2%	25,7%	51,4%

Gráfico 4.15: Portlandita total estimada en muestras de pasta de cemento portland según tiempo y ambiente de exposición**Gráfico 4.16: Portlandita total estimada en muestras de mortero según tiempo y ambiente de exposición**

En los gráficos 4.15 y 4.16 se presentan los porcentajes de portlandita total estimada sobre la masa de las muestras. La primera observación que destaca es la diferencia entre los dos materiales. Las muestras de mortero presentan porcentajes muy superiores a los de las pastas de cemento. La portlandita total que se ha generado aumenta de forma suave con el tiempo, observándose este hecho de forma más clara en el caso de la pasta que en el del mortero. Considerando la exposición ambiental, se observa que a edades tempranas la cantidad de portlandita total es muy similar y a edades superiores a 28 días parece que el ambiente seco del laboratorio provoca una hidratación más lenta. La complejidad del mortero hace difícil extraer conclusiones a este respecto.

Gráfico 4.17: Porcentaje de portlandita carbonatada en muestras de pasta de cemento portland según tiempo y ambiente de exposición**Gráfico 4.18: Porcentaje de portlandita carbonatada en muestras de mortero según tiempo y ambiente de exposición**

Del mismo modo que en el caso de la portlandita total estimada, los porcentajes de portlandita carbonatada (gráficos 4.17 y 4.18) son muy superiores en el caso de los morteros que en el de las pastas de cemento.

Si observamos los porcentajes en función de las diferentes edades de las muestras, se observan algunos datos relevantes: las pastas de cemento presentan valores de carbonatación mayores a edades de 56 y 90 días, exceptuando la cámara húmeda, donde no se observan variaciones significativas de la carbonatación. En el caso de los morteros, en cambio, los valores no presentan variaciones directamente relacionadas con la edad.

4.3 ENSAYOS MECÁNICOS

En la tabla 4.19 se presentan los resultados de las lecturas de las pruebas de resistencias mecánicas:

Tabla 4.19: Fuerza de rotura en los ensayos mecánicos

MUESTRA	MATERIAL	EXPOSICIÓN	EDAD	FLEXIÓN	COMPRESIÓN 1	COMPRESIÓN 2
1A	MORTERO	MASNOU	7 DÍAS	264 kg	4597 kg	4793 kg
2B	MORTERO	PATIO	7 DÍAS	188 kg	4317 kg	4468 kg
3C	MORTERO	LABORATORIO	7 DÍAS	250 kg	5064 kg	5304 kg
4D	MORTERO	CÁMARA HÚMEDA	7 DÍAS	278 kg	4641 kg	4404 kg
9R	PASTA	MASNOU	7 DÍAS	107 kg	5802 kg	5757 kg
2S	PASTA	PATIO	7 DÍAS	108 kg	5029 kg	5188 kg
11T	PASTA	LABORATORIO	7 DÍAS	85 kg	5712 kg	5262 kg
4U	PASTA	CÁMARA HÚMEDA	7 DÍAS	233 kg	6028 kg	5982 kg
M1A	MORTERO	MASNOU	28 DÍAS	387 kg	6307 kg	5690 kg
M1F	MORTERO	PATIO	28 DÍAS	236 kg	4824 kg	4975 kg
M1E	MORTERO	LABORATORIO	28 DÍAS	356 kg	5841 kg	5997 kg
16D	MORTERO	CÁMARA HÚMEDA	28 DÍAS	404 kg	5571 kg	5988 kg
P1A	PASTA	MASNOU	28 DÍAS	169 kg	6284 kg	6224 kg
P1F	PASTA	PATIO	28 DÍAS	114 kg	5794 kg	6041 kg
P1E	PASTA	LABORATORIO	28 DÍAS	93 kg	7205 kg	6478 kg
16U	PASTA	CÁMARA HÚMEDA	28 DÍAS	389 kg	7070 kg	6856 kg
M5M	MORTERO	MASNOU	210 DÍAS	441 kg	6640 kg	6658 kg
M5P	MORTERO	PATIO	210 DÍAS	509 kg	7622 kg	7895 kg
M5L	MORTERO	LABORATORIO	210 DÍAS	404 kg	6923 kg	7129 kg
M5C	MORTERO	CÁMARA HÚMEDA	210 DÍAS	536 kg	9392 kg	8902 kg
P5M	PASTA	MASNOU	210 DÍAS	115 kg	7128 kg	8034 kg
P5P	PASTA	PATIO	210 DÍAS	142 kg	7708 kg	8547 kg
P5L	PASTA	LABORATORIO	210 DÍAS	172 kg	7310 kg	6802 kg
P5C	PASTA	CÁMARA HÚMEDA	210 DÍAS	188 kg	8683 kg	9088 kg

El cálculo de la resistencia a flexión se realiza según la fórmula proporcionada en la norma UNE EN 196-1:2005:

$$R_f = \frac{1,5 \times F_f \times l}{b^3}$$

donde

R_f es la resistencia a flexión en megapascuales (MPa)

b es el lado de la sección cuadrada del prisma en milímetros (mm)

F_f es la carga aplicada en la mitad del prisma en la rotura en newtons (N)

l es la distancia entre soportes en milímetros (mm)

Asimismo, el cálculo de la resistencia a compresión, como media aritmética de los resultados de cada par de semiprobetas ensayadas, se realiza según la fórmula proporcionada en la norma UNE EN 196-1:2005:

$$R_c = \frac{F_c}{S}$$

donde

R_c es la resistencia a compresión en megapascuales (MPa)

F_f es la carga máxima de rotura en newtons (N)

S es la superficie de la placa de contacto en milímetros cuadrados (mm²)

En la tabla 4.20 se presentan los resultados de los cálculos de la resistencia para cada muestra.

Tabla 4.20: Resistencias calculadas

MUESTRA	MATERIAL	EXPOSICIÓN	EDAD	FLEXIÓN	COMPRESIÓN
1A	MORTERO	MASNOU	7 DÍAS	6,1 MPa	28,8 MPa
2B	MORTERO	PATIO	7 DÍAS	4,3 MPa	26,9 MPa
3C	MORTERO	LABORATORIO	7 DÍAS	5,7 MPa	31,8 MPa
4D	MORTERO	CÁMARA HÚMEDA	7 DÍAS	6,4 MPa	27,7 MPa
9R	PASTA	MASNOU	7 DÍAS	2,5 MPa	35,4 MPa
2S	PASTA	PATIO	7 DÍAS	2,5 MPa	31,3 MPa
11T	PASTA	LABORATORIO	7 DÍAS	2,0 MPa	33,6 MPa
4U	PASTA	CÁMARA HÚMEDA	7 DÍAS	5,4 MPa	36,8 MPa
M1A	MORTERO	MASNOU	28 DÍAS	8,9 MPa	36,8 MPa
M1F	MORTERO	PATIO	28 DÍAS	5,4 MPa	30,0 MPa
M1E	MORTERO	LABORATORIO	28 DÍAS	8,2 MPa	36,3 MPa
16D	MORTERO	CÁMARA HÚMEDA	28 DÍAS	9,3 MPa	35,4 MPa
P1A	PASTA	MASNOU	28 DÍAS	3,9 MPa	38,3 MPa
P1F	PASTA	PATIO	28 DÍAS	2,6 MPa	36,3 MPa
P1E	PASTA	LABORATORIO	28 DÍAS	2,1 MPa	41,9 MPa
16U	PASTA	CÁMARA HÚMEDA	28 DÍAS	8,9 MPa	42,7 MPa
M5M	MORTERO	MASNOU	210 DÍAS	10,1 MPa	40,8 MPa
M5P	MORTERO	PATIO	210 DÍAS	11,7 MPa	47,6 MPa
M5L	MORTERO	LABORATORIO	210 DÍAS	9,3 MPa	43,1 MPa
M5C	MORTERO	CÁMARA HÚMEDA	210 DÍAS	12,3 MPa	56,1 MPa
P5M	PASTA	MASNOU	210 DÍAS	2,6 MPa	46,5 MPa
P5P	PASTA	PATIO	210 DÍAS	3,3 MPa	49,8 MPa
P5L	PASTA	LABORATORIO	210 DÍAS	4,0 MPa	43,2 MPa
P5C	PASTA	CÁMARA HÚMEDA	210 DÍAS	4,3 MPa	54,5 MPa

Como se observa en el gráfico 4.21, los ensayos de resistencia mecánica a flexión determinan que la resistencia es superior en todos los casos en el mortero frente a la pasta, debido básicamente a la flexibilidad que confiere el árido. En el caso del mortero, la evolución de la resistencia en función del tiempo muestra un patrón lógico y aumenta con el paso de los días. En el caso de las pastas, esta tendencia se rompe para la edad de 210 días. Atendiendo al hecho de que este análisis no es el objeto de este proyecto, se atribuye a las posibles diferencias en la confección de las muestras.

Gráfico 4.21: Resistencia mecánica a flexión

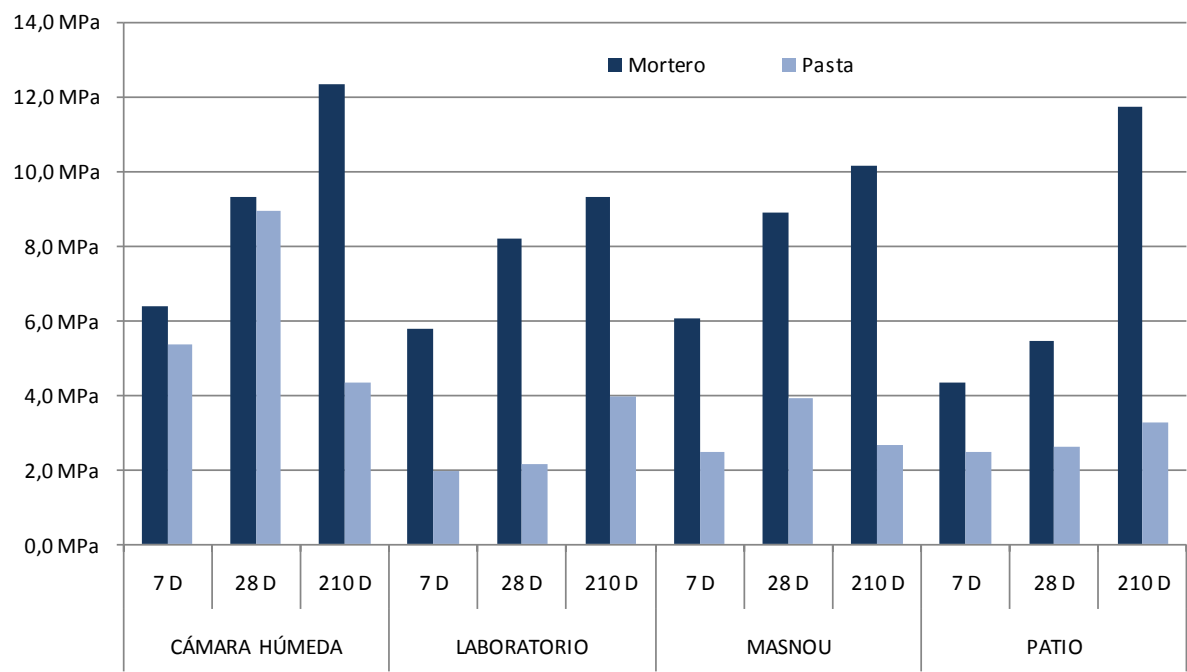


Gráfico 4.22: Resistencia mecánica a compresión por edad de la muestra

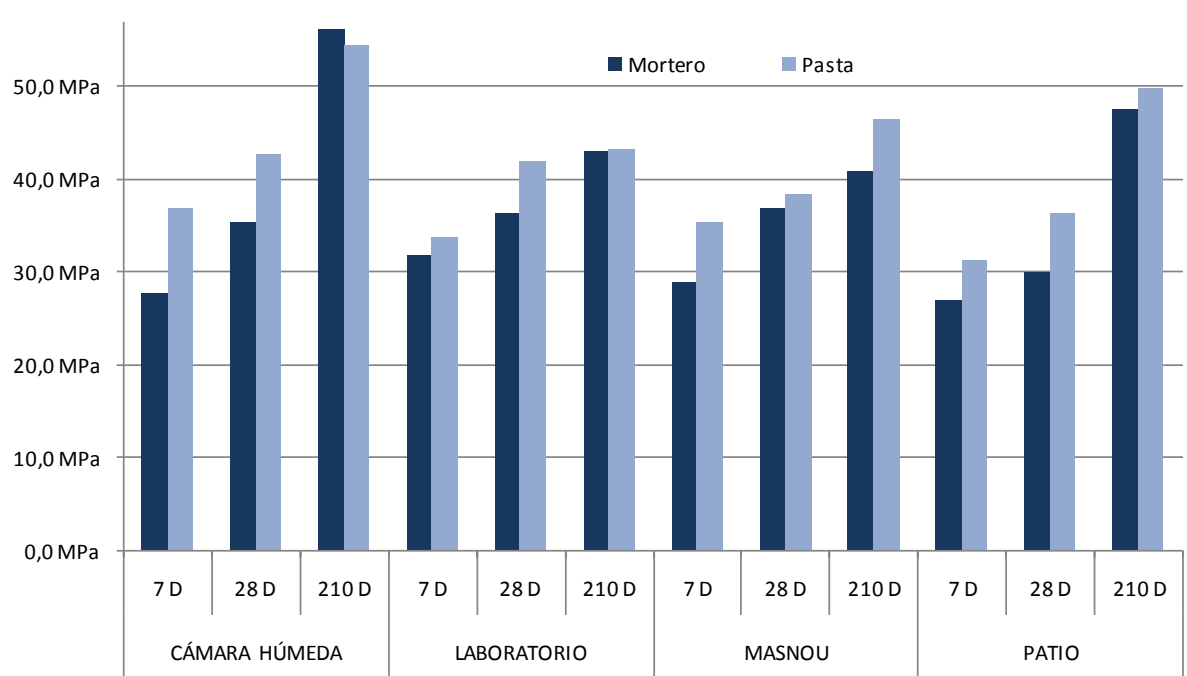
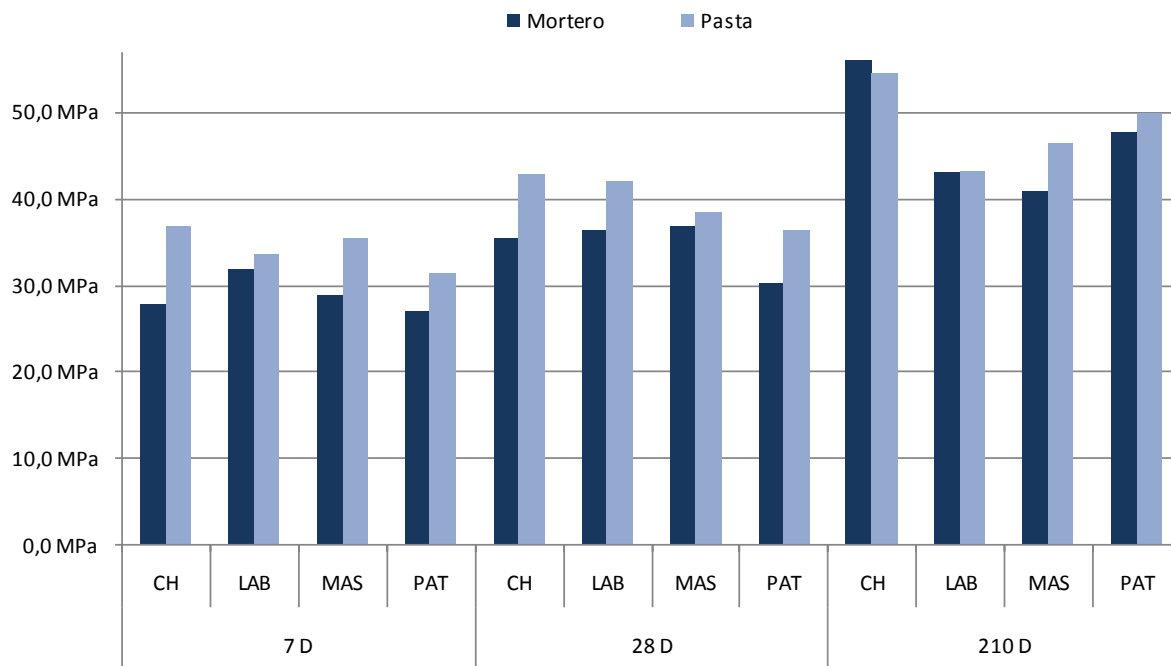


Gráfico 4.23: Resistencia mecánica a compresión por ambiente de exposición

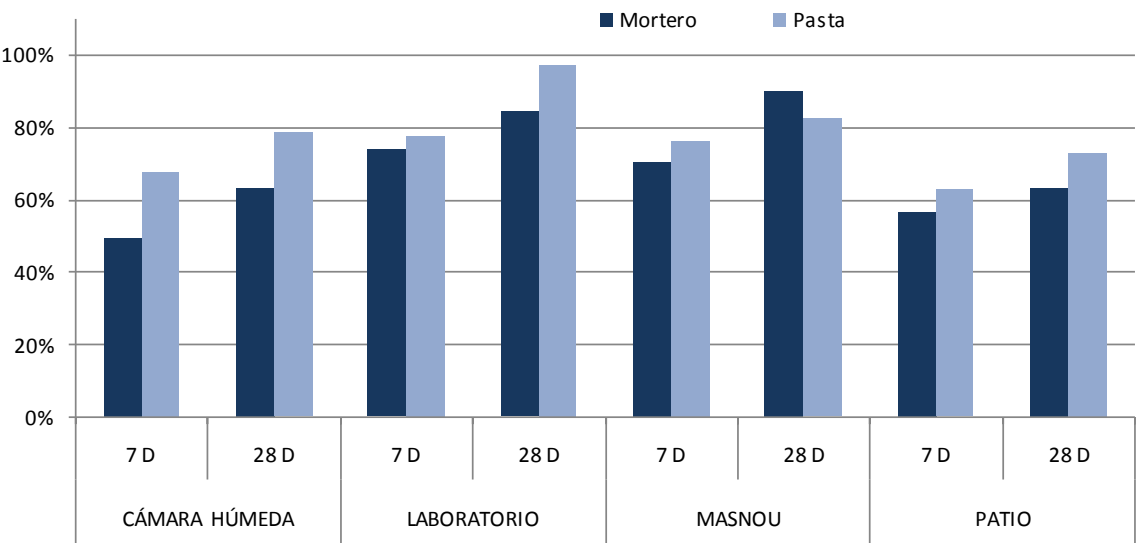
Del gráfico 4.22 se desprende que la resistencia a compresión de aumenta con el tiempo tanto en el mortero como en la pasta.

En cualquier caso, la resistencia a compresión a diferentes edades alcanza el valor máximo en el material conservado en la cámara húmeda. Para el resto de ambientes no existe una correlación de valores para establecer un patrón de comportamiento.

Como se puede observar en los gráficos 4.22 y 4.23, la resistencia mecánica a compresión de las probetas de mortero no alcanza a 28 días el valor de 52,5 MPa esperado. Las causas no se encuentran tanto en la elaboración de las probetas como en el curado. Según la norma UNE EN 196-1, una vez elaboradas las probetas, deben almacenarse durante 24 horas en cámara húmeda y, posteriormente, deben sumergirse en agua hasta su ensayo. Las probetas analizadas en este proyecto se han expuesto a los diferentes ambientes una vez transcurridas las 24 horas en cámara húmeda.

Si tomamos el valor de la resistencia a 210 días como referencia y analizamos los porcentajes de resistencia alcanzados a los 7 y a los 28 días (gráfico 4.24), se observa cómo las muestras de pasta alcanzan un porcentaje de resistencia más elevado que los morteros en 7 de los 8 casos. Entre los diferentes ambientes, las muestras de pasta del patio son las que presentan porcentajes menores de resistencia tanto a 7 como a 28 días y las del laboratorio los mayores. Cabe destacar que las muestras de mortero de la cámara húmeda presentan los valores más bajos, que en relación con la resistencia final alcanzada a 210 días suponen un incremento muy acentuado a partir de los 28 días. En el extremo contrario, se sitúan las muestras del laboratorio, que a 7 días ya han alcanzado prácticamente un 80% de la resistencia a 210 días.

Gráfico 4.24: % de resistencia a 7 días y a 28 días sobre resistencia a 210 días



CONCLUSIONES

Respecto de los ensayos de difracción de rayos X:

- No se observan las fases de carbonato de calcio aragonita ni vaterita; en cambio, sí se ha hallado calcita, que es la fase más estable del carbonato cálcico.
- La cámara húmeda es el ambiente donde se ha formado mayor cantidad de portlandita y menor cantidad de calcita.

En cuanto a los resultados de los ensayos termogravimétricos:

- Se constata que la composición del mortero dificulta el análisis mediante este método; sin embargo, es adecuado para las muestras de pasta de cemento, de composición más homogénea.
- La cámara húmeda es el ambiente donde se produce una mayor hidratación y, a su vez, donde la carbonatación es menor.
- La cámara húmeda es un ambiente controlado que reúne las condiciones de estabilidad idóneas para poder analizar la hidratación y la carbonatación a lo largo del tiempo y establecer patrones fiables.
- El mortero presenta índices de carbonatación muy superiores a la pasta de cemento, probablemente a causa de la porosidad del material.

Y, de los ensayos de resistencia:

- Las muestras expuestas en la cámara húmeda presentan las resistencias mecánicas más elevadas.
- Excepto las muestras a 210 días de la cámara húmeda, en todos los casos la resistencia de la pasta es superior a la del mortero.
- La resistencia a compresión aumenta en función del tiempo.

Por otro lado, durante la realización de los ensayos y en su posterior análisis se han puesto de manifiesto algunas deficiencias tanto en la planificación como en el método que se deben tener en consideración en estudios posteriores.

Como ya se ha comentado en la memoria, la disponibilidad de los equipos ha condicionado en exceso tanto la elaboración de las muestras como las condiciones de exposición, por lo que se han ensayado y comparado muestras elaboradas en diferentes amasadas y en distinto momento. No se puede pasar por alto que este hecho es determinante a la hora de comparar muestras que debían tener las mismas condiciones iniciales.

El análisis de los datos proporcionados por los ensayos de termogravimetría tiene un alto contenido gráfico, por lo que cabe considerar un margen de error. Para minimizarlo y

poderlo determinar sería recomendable establecer criterios concretos de las dimensiones y formas de las muestras y de homogeneización de datos para su análisis. Además, sería conveniente poder ensayar dos o tres muestras de cada combinación material/ambiente/tiempo de exposición con el fin de poder establecer un resultado medio que excluya valores fuera de rango.

Finalmente, se considera necesario añadir al estudio mayores tiempos de exposición de las muestras, con el fin de poder determinar y cuantificar los contenidos de carbonatos en función del tiempo, puesto que la carbonatación es un proceso que supera los 90 días de duración.

BIBLIOGRAFÍA

Américo, P. y Nepomuceno, A. *Influencia del contenido en cemento en la corrosión de la armadura en morteros carbonatados*. Materiales de Construcción, vol. 53, pp. 113-124, 2003

Arandigoyen, M. y Álvarez, J.I. *Estructura porosa y proceso de carbonatación en pastas mixtas de cal con diferente porcentaje de cemento*. Materiales de Construcción, vol. 56, pp. 17-30, 2006

Bona, V.L., Rahhal, V.F. e Irassar, E.F. *Evolución de la hidratación en cementos con adiciones*. Materiales de Construcción, vol. 52, pp. 57-64, 2002

Davis, H. y Rothwell, G.W. *The Effectiveness of Surface Coating in Reducing Carbonation of Reinforced Concrete*. BRE Information. 1998

Fernández-Carrasco, L., Puertas, F., Blanco-Varela, M.T. y Vázquez, T. *Carbonatación de pastas de cemento de aluminato de calcio*. Materiales de Construcción, vol. 51, pp. 127-131, 2001

Galí Medina, S. *Cristalografía. Teoría reticular, grupos puntuales y grupos espaciales*. PPU SA, 1992

Giraldo, M.A. y Tobón, J.I. *Evolución mineralógica del cemento portland durante el proceso de hidratación*. Dyna, Año 73, Nro. 148, pp. 69-81, 2005

Gomá, F. *El cemento portland y otros Aglomerantes*. Editores Técnicos Asociados S.A., 1979

Moreno Fernández, E. *Corrosión de armaduras en estructuras de hormigón: estudio experimental de la variación de la ductilidad en armaduras corroídas aplicando el criterio de acero equivalente*. Tesis doctoral. Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química. Universidad Carlos III, 2008

Puertas, F. y Vázquez, T. *Hidratación inicial del cemento. Efecto de aditivos superplastificantes*. Materiales de Construcción, vol. 51, pp. 53-61, 2001

Ruíz Mérida, F. *Determinación cualitativa de los componentes de cemento portland CEM I 52,5-R endurecido*. Proyecto final de carrera. ETSE-UAB, 2009

Taylor, H.F.W. *La química de los cementos*. Urmo, S.A. de Ediciones, 1978

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Francisco Ruíz Mérida la confianza al ofrecerme la oportunidad de participar y realizar el presente estudio y a Laia Haurie Ibarra, su incorporación a la dirección del proyecto. A los dos, gracias por la ayuda constante, los consejos y la paciencia.

Finalmente, gracias a Núria, por sus ánimos y por estar siempre a mi lado; sin su apoyo, este proyecto no habría sido posible.

CONTENIDO DEL CD

- Memoria completa.
- Anexo completo.
- Resumen del proyecto.

**ARQUITECTURA TÉCNICA
PFC**

**EVALUACIÓN DE LA
REACCIÓN DE
CARBONATACIÓN EN LOS
ESTUDIOS DE LAS FASES
DE CONGLOMERADOS CON
CEMENTO PORTLAND**

Proyectista: Néstor Meneses
Martínez

Directores: Laia Haurie Ibarra,
Francisco Ruíz Mérida

Convocatòria: Marzo 2012